



SKRIPSI – TK141581

**PEMBUATAN BIODIESEL DARI MINYAK NYAMPLUNG
(*Calophyllum inophyllum L.*) MENGGUNAKAN
MICROWAVE DENGAN KATALIS BASA HETEROGEN**

**Oleh :
Ansori
NRP. 02211440000087**

**Sasmitha Ayu Wibowo
NRP. 02211440000112**

**Dosen Pembimbing
Prof. Dr. Ir. Mahfud, DEA.
NIP. 1961 08 02 1986 01 1 001
Donny Satria Bhuana, S.T., M.Eng.Sc.
NIP. 1981 03 03 2006 04 1 002**

**DEPARTEMEN TEKNIK KIMIA
FAKULTAS TEKNOLOGI INDUSTRI
INSTITUT TEKNOLOGI SEPULUH NOPEMBER
SURABAYA
2018**



FINAL PROJECT – TK141581

BIODIESEL PRODUCTION FROM NYAMPLUNG OIL (*Calophyllum inophyllum* L.) USING *MICROWAVE* WITH HETEROGENOUS BASE CATALYST

Authors:

Ansori

NRP. 02211440000087

Sasmitha Ayu Wibowo

NRP. 02211440000112

Academic Advisors:

Prof. Dr. Ir. Mahfud, DEA.

NIP. 1961 08 02 1986 01 1 001

Donny Satria Bhuana, S.T., M.Eng.Sc.

NIP. 1981 03 03 2006 04 1 002

**CHEMICAL ENGINEERING DEPARTMENT
FACULTY OF INDUSTRIAL TECHNOLOGY
SEPULUH NOPEMBER INSTITUTE OF TECHNOLOGY
SURABAYA
2018**

LEMBAR PENGESAHAN

PEMBUATAN BIODIESEL DARI MINYAK NYAMPLUNG (*Calophyllum inophyllum* L.) MENGGUNAKAN MICROWAVE DENGAN KATALIS BASA HETEROGEN

Diajukan untuk Memenuhi Salah Satu Syarat Memperoleh
Gelar Sarjana Teknik pada Program Studi S-1
Departemen Teknik Kimia Fakultas Teknologi Industri
Institut Teknologi Sepuluh Nopember Surabaya

Oleh:

Ansori

02211440000087

Sasmitha Ayu Wibowo

02211440000112

Disetujui Oleh Tim Penguji Tugas Akhir :

1. Prof. Dr. Ir. Mahfud, DEA
(Pembimbing I)
2. Donny Satria Bhuna, ST, M.Eng.Sc.
(Pembimbing II)
3. Dr. Lailatul Qadariyah, S.T.,M.T.
(Penguji I)
4. Firman Kurniawansyah,ST, M.Eng.Sc,Ph.D
(Penguji II)
5. Prof. Dr. Ir. H. M. Rachimoellah, Dipl. EST
(Penguji III)

.....
.....
.....
.....
.....
.....



“PEMBUATAN BIODIESEL DARI MINYAK NYAMPLUNG (*Calophyllum inophyllum L.*) MENGUNAKAN *MICROWAVE* DENGAN KATALIS BASA HETEROGEN”

Nama/NRP : 1. Ansori
(02211440000087)
2. Sasmitha Ayu Wibowo
(02211440000112)

Jurusan : Teknik Kimia FTI-ITS
Dosen Pembimbing : Prof. Dr. Ir. Mahfud, DEA.
Donny Satria Bhuana, S.T., M.Eng.Sc.

ABSTRAK

Kebutuhan energi di Indonesia semakin meningkat sejalan dengan perkembangan teknologi dan ekonomi, namun sebagian besar energi masih dipenuhi oleh energi tak terbarukan seperti, minyak bumi (41,46%), diikuti oleh batubara (35,81%), dan gas alam (19,36%). Kebutuhan energi yang meningkat tersebut tidak disertai pula dengan kenaikan cadangan energi dan energi tak terbarukan juga menyumbang polusi, sehingga dibutuhkan alternatif energi lain yang dapat diperbarui dan ramah lingkungan, salah satunya biodiesel. Penggunaan *microwave* sebagai sumber energi pembuatan biodiesel dapat mempercepat waktu reaksi. Sehingga *microwave* dipandang lebih efisien. Biji nyamplung memiliki kandungan minyak sebesar 71,4% berat. Dengan kandungan minyak sebesar ini maka biji nyamplung memiliki potensi yang besar bila digunakan sebagai bahan baku pembuatan biodiesel. Tujuan penelitian ini adalah untuk mengetahui pengaruh jenis dan konsentrasi katalis basa heterogen terhadap densitas, viskositas, dan yield biodiesel yang dihasilkan, mengetahui pengaruh daya *microwave* terhadap densitas, viskositas dan *yield*

biodiesel yang dihasilkan, mengetahui pengaruh waktu radiasi *microwave* terhadap densitas, viskositas dan *yield* biodiesel yang dihasilkan, dan mempelajari dan mengoptimasi proses pembuatan biodiesel menggunakan katalis basa heterogen dengan bantuan radiasi *microwave*. Penelitian diawali dengan pembuatan katalis dari kulit telur yang dikalsinasi pada 900°C selama 2,5 jam menggunakan *furnace*. Kemudian dilanjutkan dengan *degumming* minyak nyamplung mentah dengan asam fosfat 85%, kemudian dilanjutkan proses esterifikasi pada daya 450 W selama 20 menit menggunakan 10% (b/b) asam sulfat *pure analys* dengan perbandingan mol minyak : metanol (1: 40) hingga kadar FFA minyak nyamplung kurang dari 2%. Proses terakhir adalah transesterifikasi menggunakan perbandingan mol minyak : metanol (1:9) dengan variabel katalis, daya *microwave*, dan waktu reaksi sesuai dengan yang ditentukan. Variabel yang digunakan pada penelitian ini adalah, jenis katalis yaitu, katalis CaO sintetis, CaCO₃ sintetis, CaO dari kulit telur dan CaCO₃ dari kulit telur, konsentrasi katalis, 1%, 2%, 3%, 4%, dan 5%, daya *microwave* 150 W, 300 W, 450, dan 600 W, dan waktu reaksi 2, 6, 10, 20, dan 30 menit. Dari penelitian yang telah dilakukan, didapatkan kesimpulan bahwa jenis katalis, konsentrasi katalis, daya radiasi *microwave*, dan waktu radiasi *microwave* mempengaruhi *yield*, densitas, dan viskositas produk biodiesel. Nilai *yield* tertinggi pada daya 300 W dengan konsentrasi katalis 1% dan waktu radiasi 10 menit pada CaO komersial adalah 71,07%, dimana viskositasnya sebesar 6,4679 cSt, dan densitasnya sebesar 0,8911 g/ml, dan pada CaO kulit telur adalah 78,92%, dimana viskositasnya sebesar 5,9713 cSt, dan densitasnya sebesar 0,8895 g/ml. Sedangkan pada CaCO₃ komersial adalah 53,89%, dimana viskositasnya sebesar 9,0212 cSt, dan densitasnya sebesar 0,9021 g/ml, dan pada CaCO₃ kulit telur adalah 65,36%, dimana viskositasnya sebesar 8,1000 cSt, dan densitasnya sebesar 0,9025 g/ml.

Kata kunci: Biodiesel, Minyak Nyamplung, Microwave, CaO, CaCO₃, dan Kulit Telur

“BIODIESEL PRODUCTION FROM NYAMPLUNG OIL (*Calophyllum inophyllum* L.) USING MICROWAVE WITH HETEROGENOUS BASE CATALYST”

Name/NRP : 1. Ansori
(02211440000087)
2. Sasmitha Ayu Wibowo
(02211440000112)

Department : Chemical Engineering FTI-ITS
Academic Advisors : Prof. Dr. Ir. Mahfud, DEA.
Donny Satria Bhuana, S.T., M.Eng.Sc.

ABSTRACT

Energy needs in Indonesia are increasing in line with technological and economic developments, but most of the energy is still fulfilled by non-renewable energy, such as crude oil (41,46%), followed by coal (35,81%), and natural gas (19,36%). Increase of energy demand is not accompanied by an increase in energy reserves and non-renewable energy. In addition it contributes to pollution, so it needs another renewable energy alternative and environmentally friendly, one of which is biodiesel. The use of microwave as the energy source for producing biodiesel can speed up reaction time. So microwave is seen as more efficient. Seed nyamplung content of 71.4% oil weight. With this much oil content, nyamplung seed has a great potential when used as raw materials for making biodiesel. The aim of this research is to know the effect of type and concentration of heterogeneous base catalyst on the density, viscosity, and yield of biodiesel produced, to know the effect of microwave power on density, viscosity and yield of biodiesel produced, to know the effect of microwave radiation time to density, viscosity and yield of biodiesel which is produced, and

studies and optimizes the process of making biodiesel using heterogeneous base catalysts with the help of microwave radiation. The study begins with the preparation of a calcined eggshell catalyst at 900 ° C. for 2.5 hours using the furnace. Then followed by degumming crude nyamplung oil using phosphoric acid 85%, followed by esterification process at 450 W for 20 min using 10% (w/w) of pure analys sulfuric acid with mole ratio of oil: methanol (1:40) until nyamplung oil FFA content of less than 2%. The final process is transesterification using ratio mole of oil : methanol (1: 9) with determined variables, such as catalyst , microwave power, and reaction time. The variables used in this study are, the type of catalyst ie, synthetic CaO catalyst, synthetic CaCO₃, CaO from egg shell and CaCO₃ of egg shell, catalyst concentration, 1%, 2%, 3%, 4%, and 5%, microwave power 150 W, 300 W, 450, and 600 W, and reaction time of 2, 6, 10, 20, and 30 min. From the experiments that have been done, it can be concluded that. From the research that has been done, it can be concluded that the type of catalyst, catalyst concentration, microwave radiation power, and microwave radiation time affect the yield, density, and viscosity of biodiesel product. The highest yield value at 300 W power with 1% of catalyst concentration and 10 minute of radiation time on commercial CaO was 71.07%, where its viscosity is 6.4679 cSt, and its density is 0.8911 g/ml, and in CaO eggshell is 78.92%, where its viscosity is 5.9713 cSt, and its density is 0.8895 g/ml. While the commercial CaCO₃ is 53.89%, where its viscosity is 9.0212 cSt, and its density is 0.9021 g/ml, and in CaCO₃ eggshell is 65.36%, where its viscosity is 8.1000 cSt, and its density is 0.9025 g/ml.

Key words: Biodiesel, Nyamplung Oil, Microwave, CaO, CaCO₃, and Eggshell

KATA PENGANTAR

Puji syukur kehadiran Tuhan Yang Maha Esa yang telah memberikan kekuatan sehingga kami dapat menyelesaikan skripsi yang berjudul “**Pembuatan Biodiesel Dari Minyak Nyamplung (*Calophyllum inophyllum L.*) Menggunakan Microwave Dengan Katalis Basa Heterogen**”.

Selama penyusunan laporan ini, kami banyak sekali mendapat bimbingan, dorongan, serta bantuan dari banyak pihak. Untuk itu, kami ingin mengucapkan terima kasih yang sebesar-besarnya kepada :

1. Bapak Juwari S.T., M.Eng., Ph.D, selaku Kepala Departemen Teknik Kimia FTI-ITS Surabaya.
2. Ibu Dr. Lailatul Qadariyah, S.T., M.T., selaku Koordinator Program Studi S-1 Departemen Teknik Kimia FTI-ITS Surabaya.
3. Bapak Prof. Dr. Ir. Mahfud, DEA., selaku Dosen Pembimbing I dan Kepala Laboratorium Teknologi Proses Departemen Teknik Kimia, yang selalu meluangkan waktu untuk memberikan saran, bimbingan dan dukungan kepada kami.
4. Bapak Donny Satria Bhuana, S.T., M.Eng.Sc., selaku Dosen Pembimbing II, yang selalu meluangkan waktu untuk memberikan saran, bimbingan dan dukungan kepada kami.
5. Bapak dan Ibu Dosen pengajar serta seluruh karyawan Departemen Teknik Kimia FTI-ITS Surabaya.
6. Orang tua dan saudara-saudara kami atas doa, dukungan, bimbingan, perhatian, dan kasih sayang yang selalu tercurah selama ini.
7. Heri Septya Kusuma yang telah memberikan banyak dukungan dan bantuan dalam menyelesaikan laporan ini.

8. Saudara-saudara mahasiswa di Laboratorium Teknologi Proses, serta semua pihak yang telah memberikan dukungan semangat dan doa.

Akhir kata semoga laporan skripsi ini dapat bermanfaat untuk sekarang dan masa yang akan datang. Kami menyadari masih banyak kekurangan dalam penulisan laporan ini, yang membutuhkan saran yang konstruktif demi penyempurnaannya.

Surabaya, 24 Juli 2018

Penyusun

DAFTAR ISI

| | |
|---|--------|
| HALAMAN JUDUL | |
| LEMBAR PENGESAHAN | ..ii |
| ABSTRAK | ..iii |
| ABSTRACT | ..v |
| KATA PENGANTAR | ..vii |
| DAFTAR ISI | ..ix |
| DAFTAR GAMBAR | ..xi |
| DAFTAR TABEL | ..xiii |
| BAB I PENDAHULUAN | 1 |
| I. 1. Latar Belakang | 1 |
| I. 2 Perumusan Masalah | 5 |
| I. 3. Tujuan Penelitian | 5 |
| I.4. Manfaat Penelitian | 6 |
| BAB II TINJAUAN PUSTAKA | 7 |
| II. 1. Tanaman Nyamplung (<i>Calophyllum inophyllum L.</i>) | ..7 |
| II. 2 Minyak Biji Nyamplung | 8 |
| II.3. Biodiesel | 10 |
| II. 4. <i>Degumming</i> | 12 |
| II. 5. Reaksi Esterifikasi | 13 |
| II. 6. Reaksi Transesterifikasi | 13 |
| II. 7. Gelombang Mikro | 15 |
| II. 8. Metanol | 16 |
| II. 9. Katalis | 17 |
| II. 9. 1. Katalis Homogen | 18 |
| II. 9. 2. Katalis Heterogen | 19 |
| II. 9. 3. Kalsium Oksida (CaO) | 20 |
| II. 9. 4. Kalsium Karbonat (CaCO ₃) | 20 |
| II. 9. 5. Katalis Kulit Telur | 21 |
| II. 10. Parameter yang Digunakan dalam Penentuan Karakteristik Biodiesel | 22 |
| II. 11. Penelitian Terdahulu | 23 |
| BAB III METODOLOGI PENELITIAN | 25 |
| III. 1. Garis Besar Penelitian | 25 |

| | |
|---|-----------|
| IV. 2. Bahan dan Peralatan..... | 25 |
| III.2.1. Bahan Penelitian..... | 25 |
| III.2.2. Peralatan Penelitian..... | 25 |
| III. 3. Prosedur Penelitian..... | 26 |
| III.3.1. Tahap Eksperimen..... | 27 |
| III.3.2. Tahap Analisa Hasil | 29 |
| III. 4. Variabel Penelitian | 30 |
| III. 5. Kondisi Operasi..... | 30 |
| III. 6. Flowchart Prosedur Penelitian | 31 |
| III. 7. Analisa Data..... | 38 |
| BAB IV. HASIL DAN PEMBAHASAN..... | 41 |
| V. 1. Analisa Katalis..... | 41 |
| IV.1.1. Analisa Katalis CaCO_3 komersial dan CaCO_3 Kulit Telur..... | 41 |
| IV.1.2. Analisa Katalis CaO komersial dan CaO Kulit Telur | 44 |
| IV. 2. Pembuatan Biodiesel | 46 |
| IV.2.1. Karakteristik Minyak Biji Nyamplung | 46 |
| IV.2.2. <i>Degumming</i> | 47 |
| IV.2.3. Esterifikasi | 49 |
| IV.2.4. Transesterifikasi | 51 |
| IV.2.5. Karakteristik Kualitas Produk Biodiesel | 73 |
| IV.2.6. Analisis Gas Chromatography (GC) pada Produk Biodiesel | 74 |
| BAB V. KESIMPULAN DAN SARAN..... | 85 |
| V.1. Kesimpulan..... | 85 |
| V.2. Saran | 86 |
| DAFTAR PUSTAKA | xv |
| APPENDIKS | |
| LAMPIRAN | |

DAFTAR GAMBAR

| | | |
|----------------|--|----|
| Gambar II.1 | Biji Nyamplung (<i>Calophyllum inophyllum</i>) | 7 |
| Gambar II.2 | Reaksi esterifikasi | 13 |
| Gambar II.3 | Tahapan reaksi tranesterifikasi..... | 14 |
| Gambar II.4 | Reaksi transesterifikasi | 15 |
| Gambar II.5. | Kalsium Oksida | 20 |
| Gambar II.6. | Kalsium Karbonat | 20 |
| Gambar II.7. | Kulit telur yang dihaluskan | 21 |
| Gambar III. 1. | Rangkaian alat esterifikasi dan transesterifikasi .. | 26 |
| Gambar IV.1 | Hasil XRD pada katalis CaCO_3 komersial | 42 |
| Gambar IV.2 | Hasil XRD pada katalis CaCO_3 kulit telur | 43 |
| Gambar IV.3 | Hasil XRD pada katalis CaO komersial | 44 |
| Gambar IV.4 | Hasil XRD katalis CaO kulit telur..... | 45 |
| Gambar IV.5 | Hasil Analisis GC pada Minyak Nyamplung Mentah | 46 |
| Gambar IV.6 | Pengaruh Daya terhadap Yield Biodiesel dengan Konsentrasi Katalis 1% dan Waktu Pemanasan 10 menit | 53 |
| Gambar IV.7 | Pengaruh Konsentrasi Katalis terhadap Yield Biodiesel dengan Daya Optimal 300 W untuk Waktu Pemanasan 10 menit | 56 |
| Gambar IV.8 | Pengaruh Waktu Pemanasan terhadap Yield Biodiesel dengan Daya Optimal 300 W dan Konsentrasi Katalis 1% | 59 |
| Gambar IV.9 | Pengaruh Waktu Pemanasan terhadap Densitas Biodiesel dengan Daya Optimal 300 W dan Konsentrasi Katalis 1% | 65 |
| Gambar IV.10 | Pengaruh Waktu Pemanasan terhadap Viskositas Biodiesel dengan Daya Optimal 300 W dan Konsentrasi Katalis 1% | 71 |
| Gambar IV.11 | Hasil Analisis GC pada Katalis CaO Komersial 1% dengan Daya 300 W dan Waktu 10 Menit | 75 |

| | |
|---|----|
| Gambar IV.12 Hasil Analisis GC pada Katalis CaO Kulit Telur 1% dengan Daya 300 W dan Waktu 10 Menit | 77 |
| Gambar IV.13 Hasil Analisis GC pada Katalis CaCO ₃ Komersial 1% dengan Daya 300 W dan Waktu 10 Menit | 79 |
| Gambar IV.14 Hasil Analisis GC pada Katalis CaCO ₃ Kulit Telur 1% dengan Daya 300 W dan Waktu 10 Menit | 81 |

DAFTAR TABEL

| | | |
|-------------|---|----|
| Tabel II.1 | Komposisi Asam Lemak Bebas dalam Minyak Nyamplung | 9 |
| Tabel II.2 | Karakteristik Minyak Nyamplung Sbelum dan Sesudah Deguming | 9 |
| Tabel II.3 | Standar Biodiesel berdasarkan SNI 04-7182-2006..... | 11 |
| Tabel II.4 | Perbandingan Katalis Homogen dan Heterogen | 19 |
| Tabel IV.1 | Data XRD untuk CaCO_3 Kulit Telur dan CaCO_3 Komersial | 43 |
| Tabel IV.2 | Data XRD untuk CaO Kulit Telur dan CaO Komersial..... | 45 |
| Tabel IV.3 | Krakteristik Minyak Mentah Biji Nyamplung | 46 |
| Tabel IV.4 | Komposisi Analisis GC pada Minyak Nyamplung Mentah | 47 |
| Tabel IV.5 | Karakteristik Minyak Nyamplung Sebelum dan Setelah <i>Degumming</i> | 48 |
| Tabel IV.6 | Pengaruh Kadar Katalis H_2SO_4 terhadap kadar FFA (%) | 50 |
| Tabel IV.7 | Krakteristik Minyak Nyamplung Sebelum dan Setelah Esterifikasi | 51 |
| Tabel IV.8 | Densitas Biodiesel Menggunakan Katalis Basa Heterogen..... | 63 |
| Tabel IV.9 | Viskositas Kinematik Biodiesel Menggunakan Katalis Basa Heterogen..... | 68 |
| Tabel IV.10 | Karakteristik Kualitas Biodiesel Menggunakan Katalis Basa Heterogen..... | 74 |
| Tabel IV.11 | Komposisi Analisis GC Metil Ester dari Minyak Biji Nyamplung dengan Katalis CaO Komersial ... | 76 |
| Tabel IV.12 | Komposisi Analisis GC Metil Ester dari Biji Nyamplung dengan Katalis CaO Kulit Telur... | 78 |
| Tabel IV.13 | Komposisi Analisis GC Metil Ester dari Minyak Biji Nyamplung dengan Katalis CaCO_3 Komersial | 80 |

| | |
|---|----|
| Tabel IV.14 Komposisi Analisis GC Metil Ester dari Biji Nyamplung dengan Katalis CaCO_3 Kulit Telur..... | 81 |
|---|----|

BAB I

PENDAHULUAN

I.1 Latar Belakang

Seiring dengan perkembangan zaman di era modern yang ditandai dengan perkembangan di bidang teknologi serta kebutuhan energi yang meningkat dengan pesat, energi mempunyai peranan yang sangat penting dalam perekonomian baik sebagai bahan bakar, bahan baku, maupun sebagai komoditas ekspor. Konsumsi energi terus meningkat sejalan dengan laju pertumbuhan ekonomi dan penambahan penduduk. Berdasarkan buku Outlook Energi Indonesia (2017), pada tahun 2015 pangsa konsumsi energi terbesar adalah sektor rumah tangga (35%), diikuti oleh sektor transportasi (31%), industri (29%), komersial (4%), dan lainnya (2%). Sedangkan konsumsi energi terbesar pada tahun 2016 berdasarkan sumber energi menurut buku *BP statistical review of world energy* (2017) adalah minyak bumi (41,46%), diikuti oleh batubara (35,81%), gas alam (19,36%), *hydroelectricity* (1,88%), dan energi terbarukan (1,48%).

Melihat kebutuhan energi di Indonesia sebagian besar masih dipenuhi oleh energi tidak terbarukan, maka perlu diperhatikan sumber cadangan minyak bumi, batubara, dan gas alam. Namun, sumber-sumber cadangan tersebut semakin menipis dan diperkirakan akan habis dalam beberapa tahun ke depan. Berdasarkan Biro Riset BUMN LM FEB UI (2014) Indonesia diperkirakan memiliki potensi minyak dan gas bumi di 60 cekungan, atau paling banyak 128 cekungan migas. Dari cadangan terbukti minyak bumi 3,6 miliar barel, jika dikelola pada tingkat produksi saat ini, maka akan habis dalam 11 tahun. Adapun cadangan terbukti gas bumi tahun 2014 diperkirakan mencapai 100,3 TCF dan akan bertahan selama 32 tahun. Untuk batu bara, bila merujuk pada data tahun 2013, dengan tingkat produksi sebesar 449,08 Mt dan cadangan sebesar 31.357,15 Mt, diperkirakan produksi batubara akan berlangsung selama 69 tahun kedepan.

Melihat ketersediaan energi tak terbarukan yang semakin menurun dan tingkat konsumsi energi yang terus meningkat, diperlukan suatu alternatif sumber energi terbarukan sehingga tercapainya ketahanan energi nasional (Soerawidjaja, 2005). Potensi energi baru terbarukan (EBT) sangat signifikan. Indonesia memiliki sumber daya alam yang cukup besar dan bervariasi. Beberapa EBT di Indonesia menghasilkan energi sebanyak panas bumi 1.643,5 MW, bioenergi 1.787,9 MW, air 5.334,66 MW, surya 91,64 MW, dan angin 2,42 MW (LKj Dirjen EBT dan Konservasi Energi 2016).

Indonesia sebagai negara agraris yang terletak di daerah khatulistiwa merupakan negara yang kaya akan potensi bioenergi yang dapat dimanfaatkan sebagai bahan bakar dalam bentuk cair (biodiesel, bioethanol), gas (biogas), padat maupun sebagai bahan bakar pembangkit listrik. Melalui pemanfaatan teknologi bioenergi, Indonesia tidak hanya dapat meningkatkan ketahanan energinya, namun juga mempunyai kesempatan yang besar dalam memberikan kontribusi terhadap penyediaan energi bersih kepada masyarakat bahkan dunia. Oleh karena itu, Pemerintah melalui Kementerian ESDM telah memberlakukan kewajiban pemanfaatan biodiesel. Peraturan tersebut didukung dengan Keputusan Presiden 20/2006 membentuk Tim Pengembangan Biofuel Nasional serta Peraturan Presiden Nomor 5 Tahun 2006 tentang Kebijakan Energi Nasional.

Penggunaan biodiesel memiliki keuntungan adalah sumber energi yang bersifat *renewable* sehingga bisa menjamin kesinambungan produksi, dapat menjadi bahan bakar alternatif yang ramah lingkungan karena biodiesel dapat mengurangi emisi gas buang karbon monoksida (CO) dan gas karbon dioksida (CO₂) dan bebas kandungan sulfur dibandingkan dengan bahan petroleum diesel lainnya, dari sisi teknis, biodiesel memiliki beberapa keunggulan seperti melindungi mesin dan meningkatkan efisiensi pembakaran (Handayani, 2010).

Bahan baku yang dapat digunakan dalam pembuatan biodiesel antara lain minyak nabati yang berasal dari biji tanaman

nyamplung. Tanaman nyamplung adalah tumbuhan liar yang banyak tumbuh di Indonesia, tepatnya di sekitar pantai. Beberapa keunggulan biodiesel yang dihasilkan dari nyamplung adalah rendemen minyak nyamplung tergolong tinggi yaitu sekitar 50-73 %, Minyak biji nyamplung merupakan sumberdaya energi terbarukan yang cukup potensial sebagai bahan dasar biodiesel tanpa harus bersaing dengan kebutuhan pangan (Wahyudi, 2009).

Pembuatan biodiesel dilakukan dengan proses transesterifikasi yaitu dengan jalan mereaksikan minyak nabati dengan alkohol rantai pendek seperti metanol atau etanol menghasilkan produk samping gliserol. Metanol merupakan jenis alkohol yang paling sering digunakan dalam produksi biodiesel secara komersial. Karena tingginya kandungan asam lemak bebas (FFA) pada minyak nyamplung yaitu sekitar 5,1 %, reaksi transesterifikasi tidak bisa langsung dilakukan. Jika reaksi transesterifikasi tetap dilakukan, maka akan terbentuk sabun (*saponification*) yang akan menyulitkan proses pemisahan metil ester-gliserol dan mengakibatkan terbentuknya emulsi ketika proses pencucian dilakukan. Oleh karena itu dihindari pembentukan sabun yakni dengan melakukan proses esterifikasi terlebih dahulu yaitu mereaksikan asam lemak bebas pada minyak nabati dengan metanol dengan bantuan katalis asam, sehingga *yield* metil ester yang terbentuk lebih besar. Proses esterifikasi ini sebagai tahap pre-treatment untuk mengkonversi FFA menjadi metil ester dengan produk samping air. Kemudian dilanjutkan dengan proses transesterifikasi untuk mengkonversi trigliserida dalam minyak nabati menjadi metil ester (Sudrajat, dkk, 2010).

Pemilihan dan penggunaan katalis dalam proses transesterifikasi merupakan bagian yang sangat penting. Proses transesterifikasi umumnya menggunakan katalis basa kuat homogen seperti NaOH dan KOH karena memiliki kemampuan katalisator yang lebih tinggi dibandingkan dengan katalis lainnya. Akan tetapi, penggunaan katalis ini memiliki kelemahan yaitu sulit dipisahkan dari campuran reaksi sehingga tidak dapat digunakan kembali dan pada akhirnya akan ikut terbuang sebagai limbah yang

dapat mencemarkan lingkungan. Untuk mengatasi hal ini, pembuatan biodiesel dapat dilakukan dengan menggunakan katalis basa heterogen seperti CaO, hidrotalcite, yang memiliki pusat aktif yang tidak seragam. Kelebihannya, katalis heterogen mudah dipisahkan dari campuran reaksinya dan dapat digunakan kembali. Selain itu, katalis heterogen mempunyai stabilitas *thermal* yang lebih baik dan harganya relatif lebih murah (Sari dkk, 2011). Katalis CaO dapat dibuat melalui proses kalsinasi CaCO_3 . Salah satu sumber CaCO_3 yang mudah diperoleh disekitar kita adalah kulit telur (Aris dkk, 2013; Meilana dkk, 2017).

Reaksi transesterifikasi dalam penelitian ini dilakukan secara *batch*. Proses transesterifikasi secara *batch* lebih baik dibandingkan proses kontinyu disebabkan kemudahan dalam mengontrol reaksinya serta tidak membutuhkan banyak peralatan. Selain itu, pemanasan pada proses transesterifikasi ini menggunakan radiasi gelombang mikro (*microwave*) yang mempunyai karakteristik berbeda dengan pemanasan konvensional. Beberapa hasil penelitian menunjukkan bahwa pemanasan menggunakan radiasi *microwave* dalam sintesis kimia organik membutuhkan waktu yang relatif lebih singkat dibandingkan pemanasan konvensional (Putra, dkk, 2012).

Pemilihan sumber energi untuk proses produksi biodiesel sangatlah penting mengingat biodiesel sendiri merupakan suatu sumber energi baru sehingga proses pembuatannya harus mementingkan efektivitas penggunaan energi. Radiasi gelombang mikro adalah metode yang baik untuk mempercepat terjadinya reaksi dikarenakan energi langsung ditransfer ke reaktan sehingga proses transfer panas lebih efektif bila dibandingkan dengan pemanasan konvensional dan reaksi dapat selesai dalam waktu yang lebih pendek. Oleh karena itu, penggunaan *microwave* adalah metode terbaik untuk mengurangi waktu reaksi dan menghasilkan yield yang lebih besar pada produksi biodiesel (Motasemi dan Ani, 2012).

Biodiesel yang didapatkan kemudian dibandingkan dengan standar kualitas biodiesel sesuai Standar Nasional

Indonesia (SNI 04-7182-2006). Uji tersebut meliputi densitas, viskositas, kadar FFA, yield dan GC pada biodiesel. Pada penelitian ini, menggunakan minyak biji nyamplung dengan katalis basa heterogen menggunakan gelombang micro (*microwave*). Oleh karena itu, diharapkan penelitian ini akan memberikan kontribusi yang cukup berarti bagi ilmu pengetahuan, khususnya di bidang energi, dalam hal penemuan sumber energi alternatif dan dapat lebih dikembangkan lagi sehingga dapat diperoleh kualitas biodiesel yang lebih bagus dengan proses yang lebih mudah.

I.2 Rumusan Masalah

Rumusan masalah yang akan dibahas dalam penelitian ini adalah :

1. Bagaimana pengaruh jenis dan konsentrasi katalis basa heterogen terhadap densitas, viskositas dan *yield* biodiesel yang dihasilkan?
2. Bagaimana pengaruh daya *microwave* terhadap densitas, viskositas dan *yield* biodiesel yang dihasilkan?
3. Bagaimana pengaruh waktu radiasi *microwave* terhadap densitas, viskositas dan *yield* biodiesel yang dihasilkan?
4. Sejauh mana *microwave* dapat menekan kebutuhan katalis basa heterogen dan waktu pemanasan untuk proses pembuatan biodiesel yang optimum?

I.3 Tujuan Penelitian

Tujuan dari penelitian ini adalah :

1. Mengetahui pengaruh jenis dan konsentrasi katalis basa heterogen terhadap densitas, viskositas dan *yield* biodiesel yang dihasilkan.
2. Mengetahui pengaruh daya *microwave* terhadap densitas, viskositas dan *yield* biodiesel yang dihasilkan.
3. Mengetahui pengaruh waktu radiasi *microwave* terhadap densitas, viskositas dan *yield* biodiesel yang dihasilkan.

4. Mempelajari dan mengoptimasi proses pembuatan biodiesel menggunakan katalis basa heterogen dengan bantuan radiasi *microwave*.

I.4 Manfaat Penelitian

Manfaat dari Penelitian ini adalah :

1. Memberikan wawasan baru bagi penulis dan masyarakat mengenai pemanfaatan minyak biji nyamplung (*Calophyllum inophyllum*) sebagai energi alternatif.
2. Mendukung program pemerintah dalam hal efisiensi energi, pengembangan energi alternatif dalam rangka mewujudkan ketahanan energi nasional.
3. Dapat membantu mengurangi ketergantungan terhadap energi fosil dan menggantinya dengan energi terbarukan.
4. Dapat digunakan sebagai referensi atau rujukan dalam pembuatan industri biodiesel dari minyak biji nyamplung (*Calophyllum inophyllum*) dalam skala besar.
5. Sebagai bahan referensi dan informasi bagi penulis selanjutnya yang tertarik untuk mengkaji dan meneliti tentang pembuatan biodiesel dari minyak biji nyamplung (*Calophyllum inophyllum*) menggunakan katalis basa heterogen dengan bantuan *microwave*.

BAB II

TINJAUAN PUSTAKA

II.1 Tanaman Nyamplung (*Calophyllum inophyllum*)

Tanaman nyamplung (*Calophyllum inophyllum* L.) mempunyai nama yang berbeda pada setiap daerah seperti eyobe (Enggano), nyamplung (Jawa, Sunda, Makassar), samplong atau camplong (Madura). Di Indonesia, nyamplung banyak dijumpai di daerah sepanjang pantai yang beriklim tropik. Namun, tanaman dapat beradaptasi dengan baik pada ketinggian 100 - 350 m dpl.

Nyamplung termasuk dalam kelas Dicotyledone, famili Gutiferae, berakar tunggang dengan perakaran yang kompak. Oleh karena itu, tanaman ini dapat digunakan sebagai pengendali abrasi pantai. Tanaman ini baru mulai berbuah pada umur 5-20 tahun.

Buahnya berbentuk bulat seperti peluru dengan bagian ujung meruncing, berwarna hijau terusi, pada saat tua warnanya menjadi kekuningan. Kulit biji yang tipis lambat laun akan menjadi keriput dan mudah mengelupas. Biji yang tersisa berupa daging buah berbentuk bulat dengan ujung meruncing, mengandung minyak berwarna kuning, terutama jika dijemur. Biji yang dijemur kering mengandung air 3,3% dan minyak 71,4%. Minyak ini dapat digunakan sebagai bahan biodiesel, dengan rendemen 50% (1 liter = 2 kg biji) (Balitbang Kehutanan, 2008).



Gambar II.1 Biji Nyamplung (*Calophyllum inophyllum*)

(Friday dan Richard, 2007)

Klasifikasi botani tanaman nyamplung adalah sebagai berikut (Wahyudi, 2009):

Kingdom : Plantae (Tumbuhan)

Divisi : Magnoliophyta (Tumbuhan berbunga)
Kelas : Dicotylodenae
Ordo : Guttiferales
Famili : Guttiferae
Genus : Calophyllum
Spesies : *Calophyllum inophyllum* L.

Kelebihan biji nyamplung sebagai bahan baku biofuel adalah biji mempunyai rendemen minyak yang tinggi, antara 50-73% dan dalam pemanfaatannya tidak berkompetisi dengan pangan. Selain itu nyamplung memiliki keunggulan lain yaitu (1) sebaran tegakan alami yang tersebar secara merata di seluruh Indonesia, regenerasi mudah dan berbuah sepanjang tahun menunjukkan kemampuan adaptasi yang tinggi terhadap lingkungan (2) produktifitas lebih tinggi dibandingkan dengan jenis lain, (jarak pagar 5 ton/ha, sawit 6 ton/ha, nyamplung 20 ton/ha) (3) tanaman relatif mudah dibudidayakan (4) cocok di daerah beriklim kering (5) hampir semua bagian tanamannya berdayaguna dan menghasilkan berbagai produk yang mempunyai nilai ekonomi (6) tanaman nyamplung berfungsi sebagai windbreaker/perindungan untuk tanaman pertanian dan konservasi sempadan pantai dan (7) pemanfaatan biji nyamplung sebagai biodiesel dapat menekan laju penebangan pohon hutan sebagai kayu bakar. (Wahyudi, 2009).

Tanaman nyamplung mampu menghasilkan minyak sebanyak 4680 kg/ha/tahun, dimana dengan jumlah minyak tersebut menghasilkan minyak lebih banyak dibandingkan tanaman jarak dan kelapa. Walaupun jumlah minyak yang dihasilkan masih dibawah minyak sawit, namun melihat penggunaan minyak sawit yang juga digunakan untuk bahan pangan, tanaman nyamplung lebih menguntungkan untuk menjadi bahan biodiesel (Atabani & Cesar, 2014).

II.2 Minyak Biji Nyamplung

Minyak nyamplung diperoleh melalui beberapa tahapan proses, yaitu (1) pengupasan biji dari kulit yang keras; (2) perajangan hingga menjadi irisan tipis; (3) pengeringan dengan

panas matahari selama 2 hari; (4) penumbukan; (5) pengukusan; (6) pengepresan atau ekstraksi dengan pelarut organik; (7) deguming atau pemisahan getah dengan asam fosfat (Pusat Informasi Kehutanan, 2008). Berikut ini merupakan komposisi minyak nyamplung :

Tabel II.1 Komposisi Asam Lemak Bebas dalam Minyak Nyamplung

| No. | Jenis Asam Lemak | Prosentase (%) |
|-----|-------------------------|----------------|
| 1. | Asam lemak jenuh | 29,1 |
| | -Asam Miristat | <0,1 |
| | -Asam Palmitat (C16:0) | 13,7 |
| | -Asam Stearat (C18:0) | 14,3 |
| | -Asam <i>Arachidic</i> | 0,6 |
| | -Asam <i>Behenic</i> | 0,2 |
| | -Asam <i>Lignoceric</i> | 0,2 |
| 2. | Asam lemak tak jenuh | 70,9 |
| | -Asam Palmitoleat | 0,2 |
| | -Asam Oleat (C18:1) | 39,1 |
| | -Asam Linoleat (C18:2) | 31,1 |
| | -Asam Linolenat (C18:3) | 0,3 |
| | -Asam <i>Gondoic</i> | 0,1 |
| | -Asam <i>Erucic</i> | <0,1 |
| | -Asam <i>Nervonic</i> | <0,1 |

(Crane S, dkk, 2005)

Karakteristik minyak nyamplung sebelum dan sesudah deguming dapat dilihat pada tabel dibawah ini.

Tabel II.2 Karakteristik Minyak Nyamplung Sbelum dan Sesudah Deguming

| Karakteristik | Sebelum deguming (crude oil) | Sesudah deguming (refined oil) |
|--------------------------------|------------------------------|--------------------------------|
| Kadar air (%) | 0,25 | 0,41 |
| Densitas pada suhu 20°C (g/ml) | 0,944 | 0,940 |

| | | |
|--------------------------------|---|-----------------------------|
| Viskositas suhu 40°C (cSt) | 56,7 | 53,4 |
| Bilangan asam (mg KOH/g) | 59,94 | 54,18 |
| Kadar asam lemak bebas (%) | 29,53 | 27,21 |
| Bilangan penyabunan (mg KOH/g) | 198,1 | 194,7 |
| Bilangan iod (mg/g) | 86,42 | 85,04 |
| Indeks refraksi | 1,447 | 1,478 |
| Penampakan | Hijau gelap dan kental dengan bau menyengat | Kuning kemerahan dan kental |

Sumber : Balitbang Kehutanan (2008)

II.3 Biodiesel

Biodiesel atau biasa disebut *fatty acid methyl ester* merupakan bahan bakar yang terdiri dari campuran mono-alkyl ester dari rantai panjang asam lemak, yang dipakai sebagai alternatif bagi bahan bakar dari mesin diesel dan terbuat dari sumber terbarui seperti minyak nabati atau lemak hewan. Biodiesel dibuat melalui suatu proses kimia yang disebut transesterifikasi, esterifikasi ataupun esterifikasi-transesterifikasi. Pada dasarnya, biodiesel dipilih karena memiliki sifat yang *biodegradable*, *nontoxic* dan rendah emisi (Wahyudi, 2009).

Biodiesel memiliki beberapa keunggulan sebagai bahan bakar alternatif (Kementerian Negara Riset dan Teknologi 2006 dalam Sjahrul Bustaman, 2009). Pertama, angka cetane tinggi (>50). Makin tinggi bilangan cetane, makin cepat pembakaran dan makin baik efisiensi termodinamisnya. Kedua, titik kilatnya tinggi, yakni suhu terendah yang dapat menyebabkan uap biodiesel menyala, sehingga biodiesel lebih aman dari bahaya kebakaran pada saat disimpan maupun didistribusikan dari pada solar. Ketiga, tidak mengandung sulfur dan benzena yang mempunyai sifat karsinogen, serta dapat diuraikan secara alami. Keempat, menambah pelumasan mesin yang lebih baik dari pada solar sehingga memperpanjang umur pemakaian mesin. Kelima, mudah

dicampur dengan solar biasa dalam berbagai komposisi dan tidak memerlukan modifikasi mesin apapun. Keenam, mengurangi secara signifikan asap hitam dari gas buang mesin diesel, walaupun penambahan biodiesel ke dalam solar hanya 5-10%.

Nasution, M. A., dkk (2007) menyatakan, biodiesel memiliki beberapa kelebihan dibandingkan bahan bakar petroleum, diantaranya dapat diproduksi secara lokal dengan memanfaatkan sumber minyak/ lemak alami yang tersedia, proses produksi dan penggunaannya bersifat lebih ramah lingkungan dengan tingkat emisi CO, NO dan sulfur dan senyawa hasil pembakaran lainnya rendah, dan lebih mudah terurai di alam. Penggunaan biodiesel juga dapat mereduksi polusi tanah serta melindungi kelestarian perairan dan sumber air minum. Adapun karakteristik fisika kimia biodiesel nyamplung dibandingkan dengan standar SNI 04-7182-2006 dapat dilihat pada tabel dibawah:

Tabel II.3 Standar Biodiesel berdasarkan SNI 04-7182-2006

| Parameter | SNI 04-7182-2006 | Metode Uji |
|---|-------------------------|-------------------|
| Massa Jenis pada 40°C (kg/m ³) | 850 – 890 | ASTM D1298 |
| Viskositas Kinematik pada 40°C (cSt) | 2,3 – 6,0 | ASTM D 445 |
| Angka Setana | Min. 51 | ASTM D 613 |
| Titik Nyala (°C) | Min. 100 | ASTM D 93 |
| Titik Kabut (°C) | Max. 18 | ASTM D 2500 |
| Korosi lempeng tembaga (3 jam pada 50 °C) | Max. no.3 | ASTM D 130 |
| Residu karbon (%-m) - dalam sampel asli, atau - dalam 10% ampas destilasi | Max. 0,05 Max. 0,03 | ASTM D 4530 |

| | | |
|---|-----------|------------------------------|
| Kadar Air dan sedimen (% volume) | Max. 0,05 | ASTM D 2709 ASTM D-1266 |
| Temperatur distilasi 90 °C (°C) | Max. 360 | ASTM D 1160 |
| Abu tersulfatkan (%-m) | Max. 0,02 | ASTM D 874 |
| Belerang (ppm-m atau mg/kg) | Max. 100 | ASTM D 5453 ASTM D-1266 |
| Fosfor (ppm-m atau mg/kg) | Max. 10 | AQCS Ca 1255 |
| Angka Asam (mg KOH/g) | Max. 0,8 | AQCS Ca 1255 |
| Gliserol bebas (%-m) | Max. 0,02 | AQCS Ca 30-63 ASTM D-6584 |
| Gliserol total (%-m) | Max. 0,24 | AQCS Ca 30-63 ASTM D-6584 |
| Kadar ester alkil (%-m) | Min. 96,5 | Dihitung *) |
| Bilangan Iodin (gI ₂ /100 g) | Max. 115 | AQCS Cd 1-25 |
| Uji Halphen | Negatif | AQCS Cd 1-25 |

(Sumber :Prihandana dkk, 2006)

Dari tabel tersebut, dapat diketahui karakteristik dari biodiesel yang ditetapkan, sehingga dalam pembuatan biodiesel dengan bahan baku minyak nabati, standar yang ditetapkan oleh SNI harus dipenuhi. Analisa karakteristik biodiesel yang dilakukan dalam penelitian ini yang dibandingkan dengan biodiesel SNI meliputi: densitas, dan viskositas kinematik.

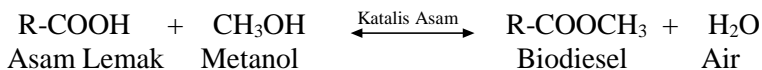
II.4 Degumming

Degumming adalah suatu proses perlakuan awal terhadap *crude* dari minyak nabati berupa proses penghilangan kotoran

seperti getah atau lendir yang terdiri dari fosfatida, protein, residu, karbohidrat, hidrokarbon, sterol, air dan resin, tanpa mengurangi jumlah asam lemak bebas dalam minyak. Proses ini dilakukan dengan pemanasan minyak dengan suhu mencapai 80 °C disertai dengan penambahan asam fosfat 85% sebanyak 5% (v/v) disertai dengan pengadukan dan penambahan air. Dengan cara ini kotoran akan terikat dalam air dan terpisah dari minyak (Sudrajat, dkk, 2010).

II.5 Reaksi Esterifikasi

Esterifikasi adalah tahap konversi dari *free fatty acid* menjadi ester. Esterifikasi mereaksikan minyak lemak dengan alkohol. Katalis-katalis yang cocok adalah katalis bersifat asam kuat, seperti asam sulfat, asam sulfonat organik, atau resin penukar asam kuat lainnya yang merupakan katalis-katalis yang biasa terpilih dalam proses industri (Handayani, 2010). Untuk mendorong agar reaksi bisa berlangsung dengan konversi tinggi pada suhu rendah, reaktan alkohol harus ditambahkan dalam jumlah yang berlebih. Reaksi esterifikasi dapat dilihat sebagai berikut:



Gambar II.2 Reaksi esterifikasi

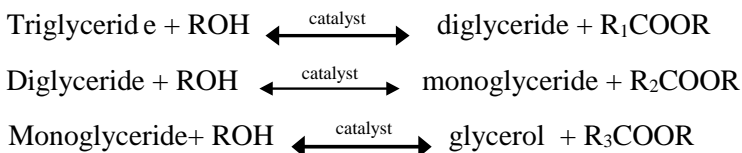
Esterifikasi biasa digunakan untuk membuat biodiesel dari minyak berkadar *free fatty acid* tinggi (berangka asam ≥ 5 mg-KOH/g). Pada tahap ini, *free fatty acid* akan dikonversikan menjadi metil ester. Dengan proses esterifikasi ini, kandungan asam lemak bebas dapat diturunkan sehingga tidak terjadi reaksi penyabunan (reaksi saponifikasi). Sebelum produk esterifikasi diumpankan ke tahap transesterifikasi, air dan sebagian besar katalis asam yang dikandungnya harus disingkirkan terlebih dahulu (Handayani, 2010).

II.6 Reaksi Transesterifikasi

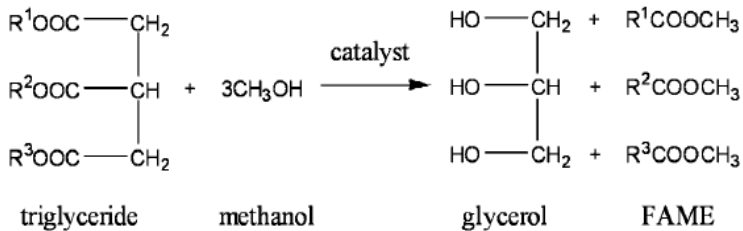
Reaksi transesterifikasi adalah proses yang mereaksikan trigliserida ataupun digliserida dalam minyak nabati atau lemak hewani dengan alkohol rantai pendek seperti metanol atau etanol (pada saat ini sebagian besar produksi biodiesel menggunakan metanol dikarenakan lebih ekonomis) menghasilkan *Fatty Acids Methyl Esters* (FAME) atau biodiesel dan gliserol sebagai produk samping. Dimana untuk mendapatkan produk murni harus dipisahkan antara gliserol dengan metil esternya (Joelianingsih dkk, 2006).

Katalis yang digunakan secara umum biasanya dalam bentuk liquid karena selain pengontrolan yang lebih mudah, katalis dalam bentuk liquid pada umumnya membutuhkan panas reaksi yang lebih kecil daripada katalis solid. Akan tetapi katalis liquid membutuhkan pencucian dan separasi yang cukup kompleks. Katalis solid jarang digunakan dalam proses pembuatan biodiesel. Hal ini dikarenakan katalis padat membutuhkan panas reaksi yang lebih besar sehingga waktu reaksi sampai dicapai keadaan optimum membutuhkan waktu yang lebih lama. Keunggulan katalis solid tidak membutuhkan pencucian dan separasi katalis relatif jauh lebih mudah. Selain itu katalis padat bersifat thermostabil, dan jauh lebih murah. Katalis yang digunakan secara umum biasanya katalis basa homogen seperti Natrium hidroksida (NaOH) atau Kalium hidroksida (KOH).

Reaksi transesterifikasi sebenarnya berlangsung dalam 3 tahap. Tahapan reaksi yang terjadi adalah sebagai berikut.



Gambar II.3 Tahapan reaksi transesterifikasi



Gambar II.4 Reaksi transesterifikasi

FAME adalah fatty acid methyl ester (biodiesel). Produk yang diinginkan dari reaksi.

Selain merupakan reaksi yang berjalan tiga tahap, reaksi transesterifikasi juga merupakan reaksi *reversible* (dapat balik) dimana monogliserida dan digliserida terbentuk sebagai intermediate. Reaksi stoikiometris membutuhkan 3 mol alkohol untuk mengkonversi 1 mol trigliserida. Alkohol digunakan secara berlebih untuk meningkatkan *yield* alkil ester dan untuk memudahkan pemisahan fasanya dari gliserol yang terbentuk (Freedman dkk, 1986).

Laju reaksi transesterifikasi dan *yield* biodiesel dipengaruhi oleh beberapa faktor, di antaranya sebagai berikut : suhu minyak (sebelum dilakukan proses transesterifikasi), suhu reaksi, rasio mol minyak terhadap alkohol, jenis katalis dan konsentrasinya, intensitas pencampuran, dan kemurnian reaktan. Faktor kinetik lain seperti jenis pengadukan dan jenis reaktor juga mempengaruhi laju reaksi. (Veljkovic dkk, 2011).

II.7 Gelombang Mikro (*Microwave*)

Gelombang mikro (*microwave*) adalah gelombang elektromagnetik yang mempunyai panjang gelombang 1 meter – 1 mm atau frekuensi 300 Mhz – 300 Ghz dan perambatannya tidak membutuhkan medium. *Microwave* bekerja dengan melewati radiasi gelombang mikro pada molekul bahan yang bersifat polar. Molekul-molekul ini akan menyerap energi elektromagnetik. Proses penyerapan energi ini disebut pemanasan dielektrik.

Molekul-molekul pada suatu bahan bersifat dielektrik yang berarti molekul tersebut memiliki muatan negatif pada satu sisi dan muatan positif pada sisi lain. Akibat adanya medan elektrik yang berubah-ubah yang diinduksikan melalui gelombang mikro pada tiap sisi akan berputar untuk saling mensejajarkan diri satu sama lain. Pergerakan molekul ini akan menciptakan panas seiring dengan timbulnya gesekan antara molekul satu dengan molekul lainnya. Energi panas yang dihasilkan oleh peristiwa inilah yang berfungsi sebagai pusat pemanasan bahan di dalam alat *microwave* (Quitain dkk, 2008; Hidayanti, 2016).

Pemanasan dengan gelombang mikro mempunyai karakteristik yang berbeda dengan pemanasan konvensional, karena panas dibangkitkan secara internal akibat getaran molekul-molekul bahan yang ingin dipanaskan oleh gelombang mikro. Pemanasan dengan gelombang mikro mempunyai kelebihan yaitu pemanasan lebih merata karena bukan mentransfer panas dari luar tetapi membangkitkan panas dari dalam bahan tersebut. Pemanasannya juga dapat bersifat selektif artinya tergantung dari dielektrik properties bahan. Hal ini akan menghemat energi untuk pemanasan. Beberapa hasil penelitian menunjukkan bahwa pemanasan menggunakan *microwave* dalam sintesis kimia organik membutuhkan waktu yang relatif lebih singkat dibandingkan pemanasan konvensional (Wilujeng, 2011; Gude dkk, 2013).

Pemanasan menggunakan *microwave* dalam proses transesterifikasi dilengkapi dengan kondensor refluks dengan tujuan untuk mengkondensasi uap metanol agar tercapai kesetimbangan reaksi kimia. Sehingga proses transesterifikasi menggunakan *microwave* dapat beroperasi pada suhu rendah dan tekanan atmosferik (Sherbiny dkk, 2010).

II.8 Metanol

Metanol merupakan senyawa organik yang paling sederhana dari alkohol dan memiliki bilangan oktan yang tinggi. Metanol banyak digunakan karena harganya yang lebih murah selain itu juga lebih mudah bereaksi dan lebih stabil bila

dibandingkan dengan alkohol lainnya, karena hanya memiliki satu rantai ikatan karbon. Selain itu pada proses transesterifikasi laju reaksi yang dihasilkan lebih tinggi dengan konversi minyak menjadi ester lebih tinggi juga. Metanol mudah diperoleh kembali (*recovery*) karena tidak membentuk azeotrop dengan air dan dapat didaur ulang (*recycle*) untuk digunakan kembali (Shahid dkk, 2011; Hidayanti, 2016).

Metanol merupakan pilihan utama untuk proses transesterifikasi karena jumlah alkohol yang digunakan memberikan pengaruh positif terhadap laju reaksi dan kesempurnaan proses sehingga dapat meningkatkan yield dalam alkyl ester (Stamenkovic dkk, 2008).

a. Sifat Fisik

- *Flash point* : 52 °F (11 °C)
- Titik Nyala : 867 °F (464 °C)
- Warna : Bening, tidak berwarna
- Keadaan fisik (fase) : liquid
- *Spesific gravity* : 0,792 g/cm³
- Kelarutan dalam air : ~100 %
- Titik didih : 145,8 °F (64,7 °C)
- Tekanan uap : 97 mmHg
- Densitas uap (udara:1,0) : 1,11

(MSDS BDH-130)

II.9 Katalis

Katalis menurunkan energi aktivasi reaksi sehingga dapat mempercepat reaksi. Katalis pembuatan biodiesel dapat berupa katalis basa maupun asam. Katalis biasanya mengubah laju reaksi dengan mempromosikan jalur molekular (mekanisme reaksi) dan memungkinkan reaksi terjadi pada suhu yang lebih rendah akibat perubahan yang dipicu terhadap pereaksi. Katalis efektif menaikkan laju reaksi, dimana masing-masing mempunyai energi aktivasi yang lebih rendah dari pada proses yang tanpa katalis. Selain itu, katalis juga dapat digunakan untuk mengarahkan reaksi

sehingga dapat meminimalkan hasil samping dari reaksi tersebut (Shahid dkk, 2011, Hidayanti, 2016).

Berdasarkan fasenya, katalis dapat dikategorikan menjadi katalis homogen dan katalis heterogen. Katalis homogen adalah katalis yang fasenya sama dengan pereaksinya, sedangkan katalis heterogen berbeda fase dengan reaktan dan produk. Katalis heterogen biasanya berupa padatan, memiliki pusat aktif yang tidak seragam. Tidak semua bagian permukaan padatan dapat berfungsi sebagai pusat aktif dan tidak semua pusat aktif memiliki keaktifan yang sama. Heterogenitas permukaan ini yang menyebabkan katalis heterogen kurang efektif dibandingkan dengan katalis homogen. Namun katalis heterogen mudah dipisahkan dari campuran reaksinya dan dapat digunakan kembali. Selain itu, katalis heterogen mempunyai stabilitas *thermal* yang lebih baik dan harganya relatif lebih murah (Sari dkk, 2011; Hidayanti, 2016).

II.9.1 Katalis Homogen

Katalis homogen yaitu katalis yang fasenya sama dengan pereaksinya dan fasenya dapat berupa cair atau gas, dimana setiap molekul katalis aktif sebagai katalis dengan aktivitas dan selektivitas tinggi. Kelebihan menggunakan katalis homogen antara lain: mempunyai pusat aktif yang seragam dan tidak mudah teracuni oleh adanya zat pengotor. Kelemahannya antara lain: mudah terurai pada suhu tinggi, residu katalis sukar dipisahkan dari produk dan biaya produksi tinggi karena katalis tidak dapat diregenerasi kembali. Katalis homogen dapat berupa katalis homogen basa (NaOH , KOH , NaOCH_3 dan CH_3OK) dan katalis homogen asam (H_2SO_4 , HCl , dan H_2PO_4). Katalis homogen basa sering digunakan pada reaksi transesterifikasi karena katalis basa dapat digunakan pada suhu rendah dan waktu reaksi yang lebih singkat, namun menghasilkan limbah pencucian dari katalis dan gliserol (Vicente, dkk, 2004; Hidayanti, 2016).

II.9.2 Katalis Heterogen

Katalis heterogen adalah katalis yang fasenya berbeda dengan fase pelarutnya. Fase katalis heterogen berupa padatan dan memiliki pusat aktif yang tidak seragam dengan aktivitas dan selektivitas yang rendah sampai tinggi. Kelebihan katalis heterogen anatara lain: stabil pada suhu tinggi, dapat diregenerasi sehingga mengurangi biaya produksi, proses pemisahan lebih mudah, dan dapat mengurangi limbah pencucian sehingga lebih ramah lingkungan. Kelemahannya mudah teracuni oleh zat pengotor, dan pusat aktif yang tidak seragam. Katalis heterogen basa lebih efektif bila dibandingkan dengan katalis heterogen asam. Katalis heterogen basa meliputi: oksida dari alkali tanah, oksida dari magnesium dan kalsium, hydrotalcite, alumina, zeolit, BaO, CaO, dan MgO (Basumatary dkk, 2013; Hidayanti, 2016).

Tabel II.4 Perbandingan Katalis Homogen dan Heterogen

| Katalis Homogen | Katalis Heterogen |
|--|--|
| Fase cair atau gas | Fasa padat |
| Setiap molekul katalis aktif sebagai katalis | Memiliki pusat aktif yang tidak seragam |
| Aktivitas dan selektivitas tinggi | Aktivitas dan selektivitas rendah-tinggi |
| Tidak mudah teracuni oleh adanya kotoran | Dapat/mudah teracuni oleh adanya kotoran |
| Sukar dipisahkan dari campuran reaksi | Mudah dipisahkan dari campuran reaksi |
| Mudah terurai pada temperatur tinggi | Stabil pada temperatur tinggi |

II.9.3 Kalsium Oksida (CaO)



Gambar II. 5. Kalsium Oksida

Kalsium oksida disebut juga *lime* dan *quicklime*, berbentuk powder berwarna putih. Kalsium oksida apabila dicampur dengan air akan membentuk kalsium hidroksida, secara umum disebut *slaked lime*. CaO berbentuk padat berwarna putih dengan berat molekul 56,07 g/mol, mempunyai densitas 2,211 g/cm³, dengan titik lebur 2613°C (2886K), dan titik didih 2850°C. CaO sukar larut dalam air, dapat larut dalam asam dan CaO ini tidak berbau memiliki sifat racun yang rendah (Zumdahl, 2009). CaO telah diteliti sebagai katalis basa yang kuat dimana untuk menghasilkan FAME menggunakan CaO sebagai katalis basa mempunyai banyak manfaat, misalnya aktivitas tinggi, kondisi reaksi yang rendah, masa katalis yang lama serta biasa katalis yang rendah (Sari dkk, 2011).

II.9.4 Kalsium Karbonat (CaCO₃)



Gambar II. 6. Kalsium Karbonat

Kalsium karbonat adalah senyawa kimia dengan rumus kimia CaCO_3 yang terbentuk dari tiga elemen utama: karbon, oksigen, dan kalsium. Senyawa ini umum ditemukan pada bebatuan (terutama batu kapur) dan merupakan komponen utama dari cangkang-cangkang organisme laut, siput, mutiara, dan kulit telur (Omari et al, 2016). Kalsium karbonat berbentuk serbuk padat berwarna putih dengan berat molekul 100,09 g/mol, titik lebur 825°C , serta sangat sedikit larut dalam air, larut dalam larutan asam encer, dan tidak larut dalam alkohol (MSDS).

II.9.5 Katalis Kulit Telur



Gambar II.7. Kulit telur yang dihaluskan

Cangkang telur merupakan bagian terluar dari telur yang berkapur dan berpori-pori dengan ketebalan 0,2-0,4 mm (koswara, 2009). Setiap jenis telur memiliki permukaan dan warna cangkang yang berbeda-beda.

Berdasarkan BC Yung dan S. Gon (2010), telur ayam memiliki komposisi komponen anorganik (% berat) 0,1% Na_2O ; 0,5% MgO ; 0,1% Al_2O_3 ; 0,2% P_2O_5 ; 0,1% SO_3 ; dan 99,0% CaCO_3 . Sedangkan berdasarkan Thongthai Witoon (2011), komposisi kimia (% berat) telur ayam setelah dikalsinasi adalah sebagai berikut, 97,42% CaO ; 1,63% MgO ; 0,52% P_2O_5 ; 0,26% SO_3 ; 0,08% K_2O ; 0,05% SrO ; 0,02% Cl ; 0,01% Fe_2O_3 ; dan 0,01% CuO . Penggunaan katalis CaO dari cangkang telur ayam terlebih

dahulu dilakukan kalsinasi untuk mendapatkan katalis CaO yang baik. Kalsinasi merupakan proses menghilangkan senyawa CO₂ yang terdapat di dalam telur ayam sehingga membentuk CaO.

II.10 Parameter yang Digunakan dalam Penentuan Karakteristik Biodiesel

Beberapa Parameter dalam Biodiesel diantaranya (Atabani, dkk. 2011) :

II.10.1 Viskositas Kinematik

Viskositas adalah tahanan liquid yang dimiliki fluida yang dialirkan terhadap gaya gravitasi. Viskositas yang tinggi menunjukkan sifat pelumasan yang lebih baik Pada umumnya bahan bakar harus mempunyai viskositas yang relatif rendah agar mudah mengalir dan teratomisasi. Hal ini disebabkan oleh putaran mesin yang cepat membutuhkan injeksi bahan bakar yang cepat pula.

II.10.2 Flash Point

Flash Point adalah temperatur dimana pada temperatur tersebut dapat memicu pembakaran saat terkena api. Hal ini berkaitan dengan keamanan dalam penyimpanan dan penanganan bahan bakar. Jika *flash point* terlalu rendah maka dapat memicu bahaya api (pembakaran), maka dari itu *flash point* perlu ditingkatkan diatas level minimum yang diizinkan.

II.10.3 Densitas

Densitas menunjukkan perbandingan massa suatu zat terhadap volumenya. Pengukuran densitas dapat dilakukan dengan menggunakan *Hydrometer*. Adapun alat yang paling sering digunakan adalah piknometer. Densitas dapat berubah, tergantung pada tekanan atau temperatur.

II.10.4 Kadar Air

Kadar air dalam minyak adalah salah satu tolak ukur mutu minyak. Semakin rendah kadar air makin tinggi mutu dari minyak tersebut. Di negara yang mempunyai musim dingin, kandungan air yang terkandung dalam bahan bakar dapat

membentuk Kristal yang bisa menyumbat aliran bahan bakar. Keberadaan air juga bisa menyebabkan korosi dan memicu pertumbuhan mikroorganisme yang tentu dapat menyumbat aliran bahan bakar. Bisa juga terjadi proses hidrolisis pada biodiesel sehingga akan meningkatkan bilangan asam, menurunkan panas pembakaran, menurunkan pH, dan meningkatkan sifat korosif.

II.11 Penelitian Terdahulu

Beberapa penelitian yang sudah dilakukan tentang pembuatan biodiesel dengan menggunakan berbagai katalis dan *microwave* oleh masyarakat maupun mahasiswa. Namun, menggunakan sumber energi yang berbeda dan katalis yang berbeda tapi tetap menghasilkan tujuan yang sama.

Penelitian yang ditulis oleh Norzita Ngadi, Nur Fadzlyana Hmdan, Onn Hassan, dan Ramadhansyah Putra Jaya. 2016. *Production of Biodiesel From Palm Oil Using Eggshell Waste as Heterogenous Catalyst*. Penelitian tersebut menggunakan katalis kulit telur yang dikalsinasi pada 900°C selama 4 jam menghasilkan *yield* biodiesel 75,85% dengan rasio metanol:minyak 6:1 pada suhu reaksi 65°C selama 3 jam. Penelitian tersebut juga menggunakan katalis CaO sintetis, menghasilkan *yield* 74,97% dengan rasio metanol:minyak 3:1 pada suhu reaksi 60°C selama 3 jam.

Penelitian yang ditulis oleh Z. Wei, C. Xu, B. Li. 2009. *Application of Waste Eggshell as Low-Cost Solid Catalyst for Biodiesel Production*. Penelitian tersebut menggunakan katalis CaO dari kulit telur yang telah dikalsinasi selama 2 jam pada 1000°C dengan bahan baku metanol dan minyak kedelai dengan rasio molar 9:1, suhu reaksi 65°C, dan waktu reaksi 3 jam. Penelitian tersebut menghasilkan biodiesel diatas 95%.

Penelitian yang ditulis oleh N. P. Asri, B. Podjojono, R. Fujiani, dan Nuaraini. 2017. *Utilization of Eggshell Waste As Low Cost Solid Base Catalyst For Biodiesel Production From Used Cooking Oil*. Penelitian ini menggunakan katalis CaO dari kulit telur yang telah dikalsinasi selama 4 jam pada 900°C. Penelitian

menghasilkan biodiesel dari minyak jelantah dengan yield 75,92% pada suhu reaksi 65°C , waktu reaksi 7 jam perbandingan mol minyak dengan mentanol (1:15), dan kadar katalis 6%.

BAB III

METODOLOGI PENELITIAN

III.1 Garis Besar Penelitian

Untuk menyelesaikan permasalahan dalam penelitian ini digunakan metode eksperimen. Pembuatan biodiesel dari minyak biji nyamplung (*Callophylum inophyllum*) dilakukan dengan menggunakan radiasi gelombang mikro (*microwave-assisted transesterification and esterification*). Pada eksperimen (penelitian) ini akan dipelajari pengaruh dari beberapa variabel seperti daya *microwave*, waktu radiasi, konsentrasi katalis dan jenis katalis.

III.2 Bahan dan Peralatan

III.2.1 Bahan Penelitian

Bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah :

1. Minyak biji nyamplung
2. H_2SO_4 *pure analys* (Katalis asam kuat untuk reaksi esterifikasi)
3. CaO (Katalis basa heterogen untuk reaksi transesterifikasi)
4. CaCO_3 (Katalis basa heterogen untuk reaksi transesterifikasi)
5. Kulit telur (Bahan katalis basa heterogen untuk reaksi transesterifikasi)
6. Metanol (CH_3OH 98%)
7. Asam Fosfat 85% (H_3PO_4 85%)
8. Aquades (H_2O)

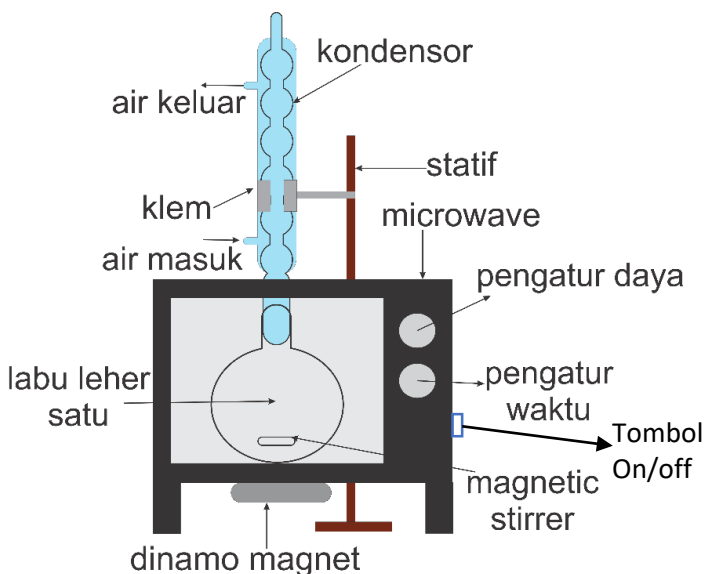
III.2.2 Peralatan Penelitian

Peralatan yang digunakan dalam percobaan ini meliputi :

1. *Microwave*
2. Corong Pemisah
3. Reaktor Labu Leher Satu 1000 mL

4. Kondenser *Reflux*
5. *Magnetic stirrer*
6. Statif
7. Klem Holder
8. Alas Labu Leher Satu
9. Erlenmeyer 100 mL
10. Gelas ukur 10 mL

Rancangan peralatan pada proses reaksi esterifikasi dan transesterifikasi



Gambar III. 1. Rangkaian alat esterifikasi dan transesterifikasi

III.3. Prosedur Penelitian

Metode yang digunakan dalam pembuatan biodiesel dari minyak biji nyamplung adalah proses reaksi esterifikasi-transesterifikasi dengan menggunakan radiasi gelombang mikro dari *microwave*. Adapun langkah-langkah pengerjaannya secara singkat dijelaskan sebagai berikut:

III.3.1. Tahap Eksperimen

A. Preparasi katalis

Prosedur preparasi katalis basa heterogen CaO dari kulit telur sesuai pada alur berikut:

1. Kulit telur dihancurkan dan diayak dengan ukuran 40 mesh.
2. Kulit telur yang telah dihancurkan, dicuci dengan air untuk menghilangkan pengotor-pengotor seperti debu yang menempel.
3. Setelah dicuci, kulit telur dikeringkan di dalam oven pada suhu 110 °C selama 24 jam.
4. Melakukan proses kalsinasi kulit telur dalam furnace pada suhu 900 °C selama 2,5 jam
5. Menyimpan katalis di dalam oven untuk menjaga katalis tetap kering.

B. Tahap *Degumming*

1. Mengukur densitas, viskositas, dan %FFA minyak mentah biji nyamplung.
2. Memanaskan minyak nyamplung hingga suhu 80 °C sambil diaduk dengan *magnetic stirrer*
3. Menambahkan larutan asam fosfat 85% sebanyak 5% (v/v) minyak nyamplung disertai pengadukan selama 15 menit.
4. Melakukan pencucian menggunakan aquades hangat (60 °C) serta pemisahan di dalam corong pemisah.
5. Lapisan atas (minyak) dipanaskan dalam oven bersuhu 110 °C untuk mengurangi kadar air dalam minyak.

C. Tahap Esterifikasi

1. Mencampur 100 mL minyak hasil proses *degumming* dengan metanol (ratio mol minyak-metanol 1:40) dan katalis H₂SO₄ *pure analys* sebanyak 10 % (b/b) minyak di dalam reaktor labu leher satu.
2. Menjalankan proses radiasi gelombang mikro di dalam oven *microwave* selama 20 menit menggunakan daya 450 W disertai pengadukan menggunakan *magnetic stirrer*.

3. Melakukan proses pemisahan antara metanol, minyak, dan katalis menggunakan corong pemisah, lapisan atas berupa metanol yang dapat dimurnikan lagi dan lapisan bawah adalah campuran minyak dan metil ester (*crude biodiesel*).
4. Mencuci *crude biodiesel* dengan aquades hangat (60 °C) serta memisahkan lapisan atas berupa *crude biodiesel* dengan lapisan bawah berupa air cucian yang mengandung katalis dan sisa-sisa metanol menggunakan corong pemisah.
5. Melakukan pemanasan dalam oven bersuhu 110 °C untuk mengurangi kadar air dalam *crude biodiesel*.

D. Tahap Transesterifikasi dan Pemurnian

1. Minyak dari proses esterifikasi sebanyak 30 mL dimasukkan dalam labu leher satu dalam *microwave*.
2. Menambahkan campuran katalis basa heterogen dengan metanol ke dalam labu leher satu sesuai variabel yang ditentukan.
3. Menjalankan proses radiasi gelombang mikro di dalam *microwave* dengan daya *microwave* dan waktu radiasi sesuai variabel yang ditentukan sambil diaduk dengan *magnetic stirrer*.
4. Melakukan penyaringan produk transesterifikasi dengan kertas saring menggunakan *water jet pump* untuk memisahkan katalis basa heterogen dari produk yang diinginkan.
5. Melakukan pencucian produk transesterifikasi dengan aquades hangat (60 °C) dan pemisahan menggunakan corong pemisah untuk memisahkan lapisan atas berupa biodiesel (FAME) dengan lapisan bawah berupa air cucian yang membawa sisa katalis, gliserol dan sisa metanol.
6. Memanaskan lapisan atas (biodiesel) dalam oven bersuhu 110 °C untuk mengurangi kadar air dalam biodiesel.

III.3.2 Tahap Analisa Hasil

A. Analisa Katalis

Menganalisa katalis yang digunakan untuk mengetahui mutu dan kualitas katalis dengan parameter uji sebagai berikut:

1. Analisa *X-Ray Diffraction*

X-Ray Diffraction (XRD) yang dilakukan pada penelitian kami bertujuan untuk mengidentifikasi karakteristik dari katalis yang digunakan.

B. Analisa Hasil Biodiesel

Menganalisa biodiesel yang diperoleh untuk mengetahui mutu dan kualitas biodiesel (produk transesterifikasi) dengan parameter uji sebagai berikut:

1. Densitas

- Peralatan

- Piknometer 5 mL
- Neraca analitik
- Pipet mata

2. Viskositas

- Peralatan

- *Viscometer ostwald*
- *Stopwatch*
- Karet penghisap
- Gelas ukur 10 mL

3. % FFA

- Peralatan

- Buret 25 mL
- Erlenmeyer
- Pipet tetes

4. *Yield* Biodiesel

5. Analisa *Gas Chromatography* (GC)

Gas Chromatography (GC) yang dilakukan pada penelitian kami bertujuan untuk mengetahui komposisi komponen-

komponen *FAME* relatif terhadap total *FAME* dari produk yang dihasilkan.

III.4 Variabel Penelitian

Variabel yang digunakan dalam penelitian ini ada 4 jenis, yaitu jenis katalis yang digunakan, konsentrasi katalis, daya *microwave*, dan waktu radiasi di *microwave*. Variabel tiap jenisnya adalah sebagai berikut:

- Untuk variabel proses transesterifikasi:
 - Katalis: CaO komersial, CaCO₃ komersial, CaO kulit telur, dan CaCO₃ kulit telur
 - Konsentrasi Katalis : 1%,, 2%, 3%, 4%, dan 5%
 - Daya : 150, 300, 450, dan 600 Watt
 - Waktu radiasi : 2, 6, 10, 20, dan 30 menit

III.5 Kondisi Operasi

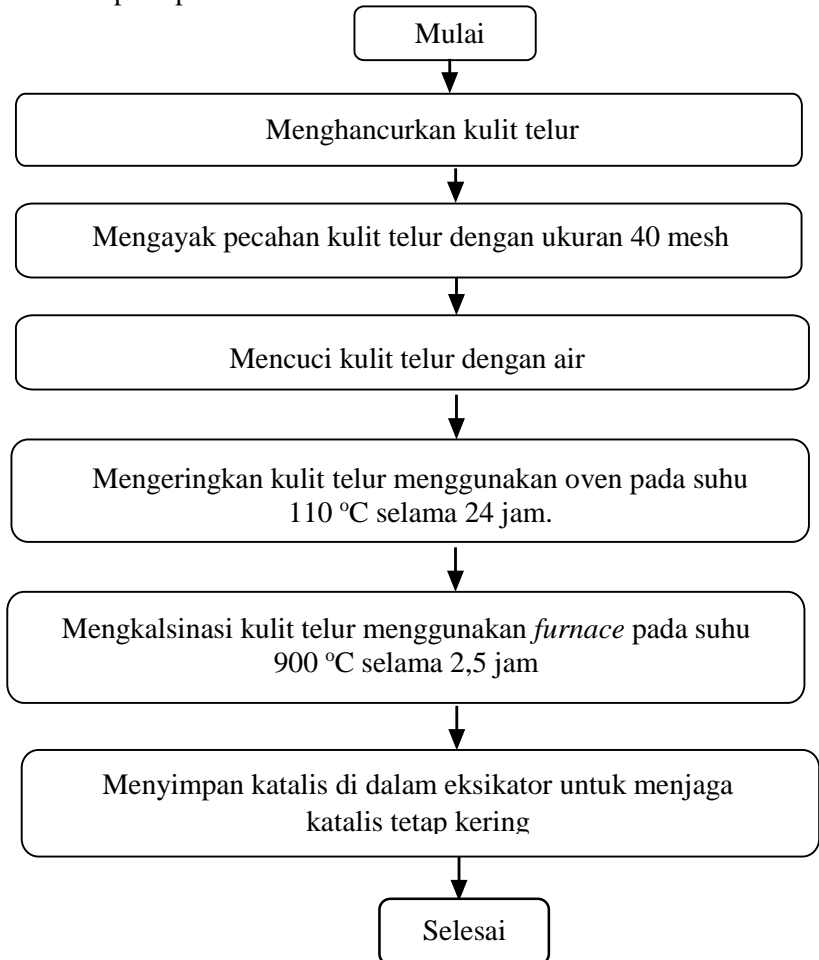
Kondisi operasi yang tetap dijaga dalam penelitian ini adalah sebagai berikut :

1. Tekanan atmosferik.
2. Ratio mol minyak dan metanol 1 : 40 (untuk proses esterifikasi).
3. Konsentrasi katalis H₂SO₄ *pure analys* sebanyak 10% (w/w) minyak (untuk proses esterifikasi).
4. Waktu radiasi proses esterifikasi selama 20 menit.
5. Ratio mol minyak (*crude* biodiesel) dan metanol 1 : 9 (untuk proses transesterifikasi).

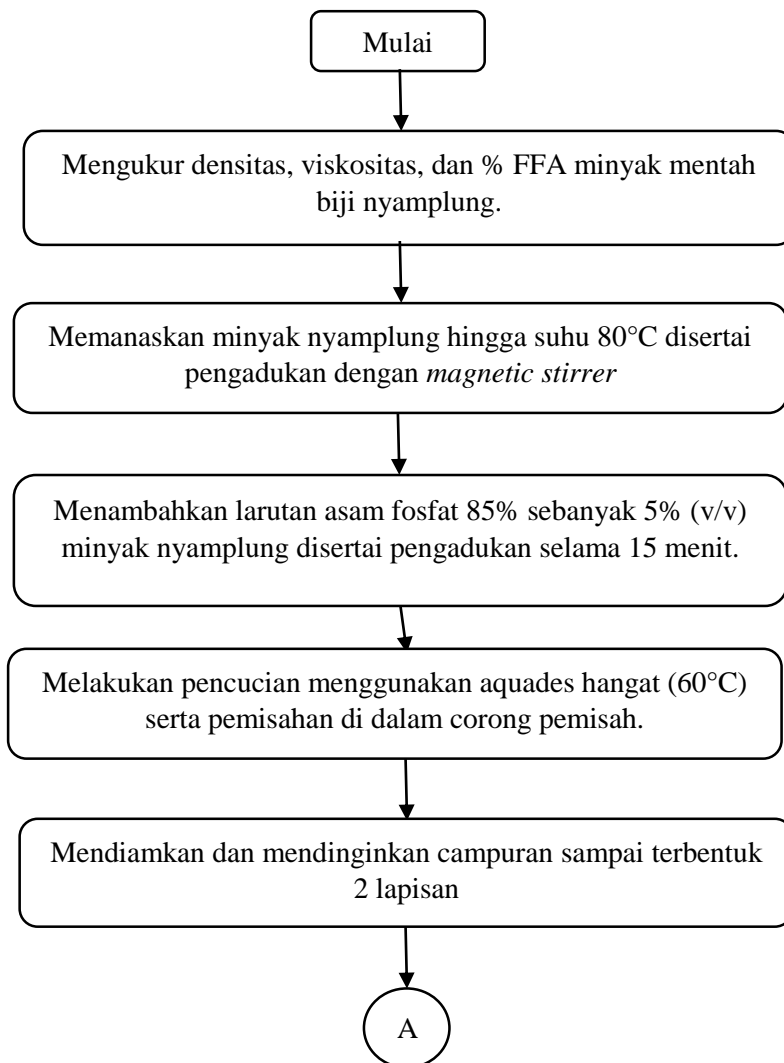
III.6 Flowchart Prosedur Percobaan

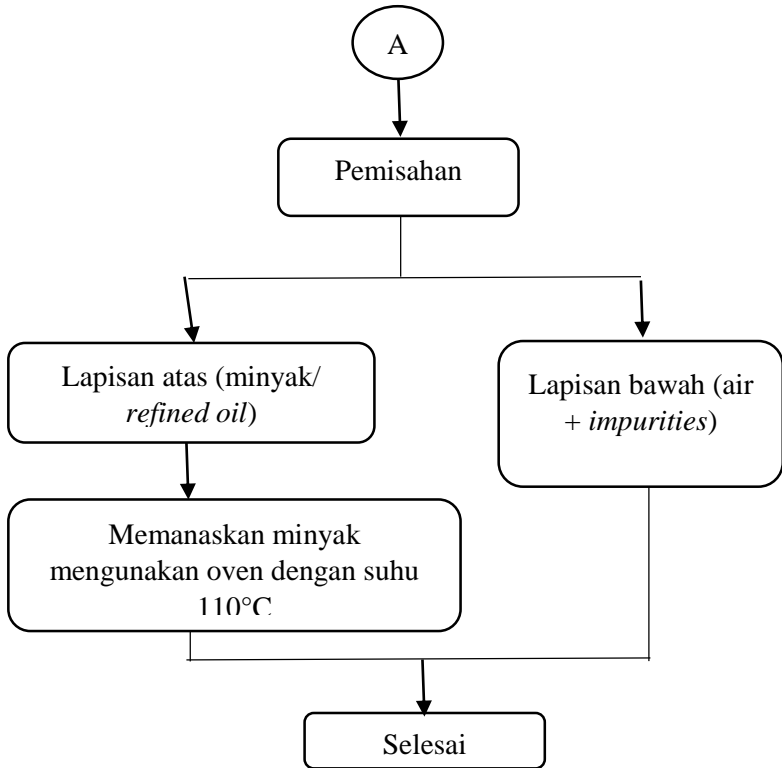
Pembuatan biodiesel dapat digambarkan dalam skema sebagai berikut :

A. Tahap Preparasi Katalis CaO Kulit Telur

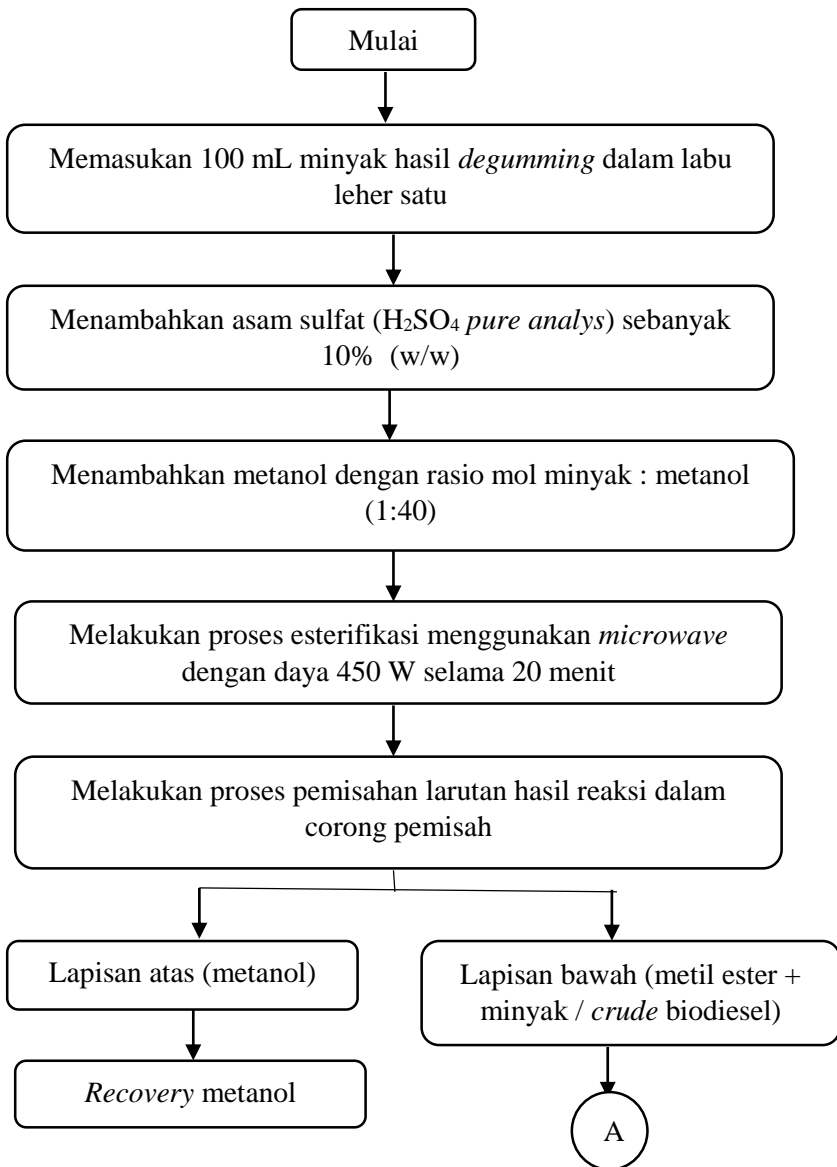


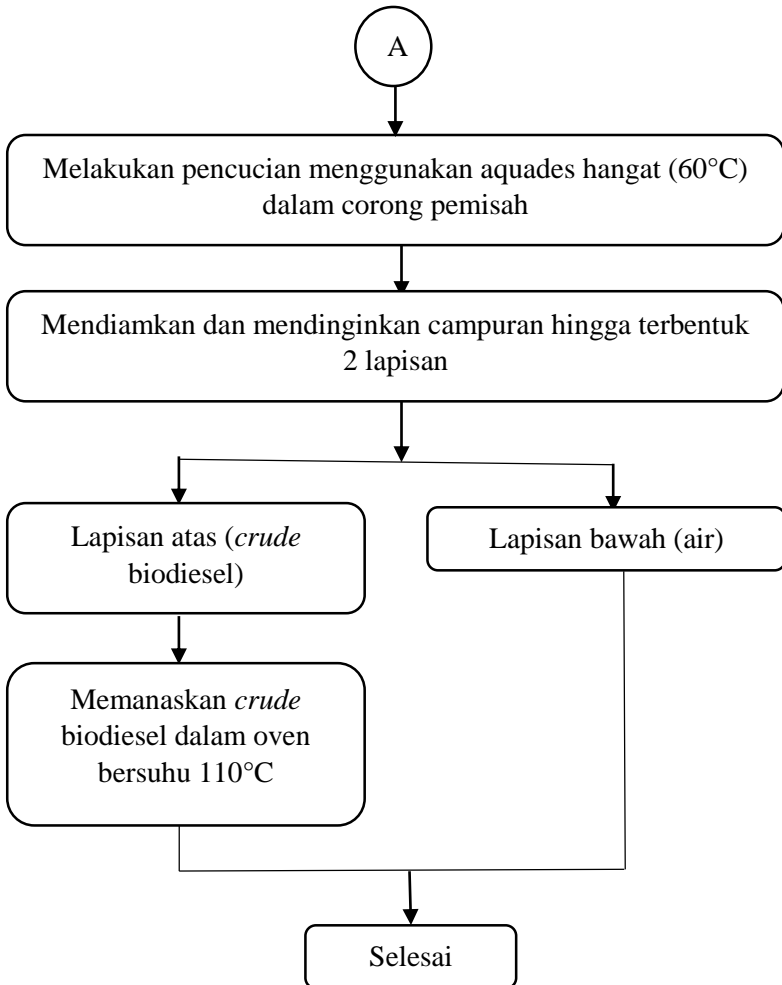
B. Tahap *Degumming*



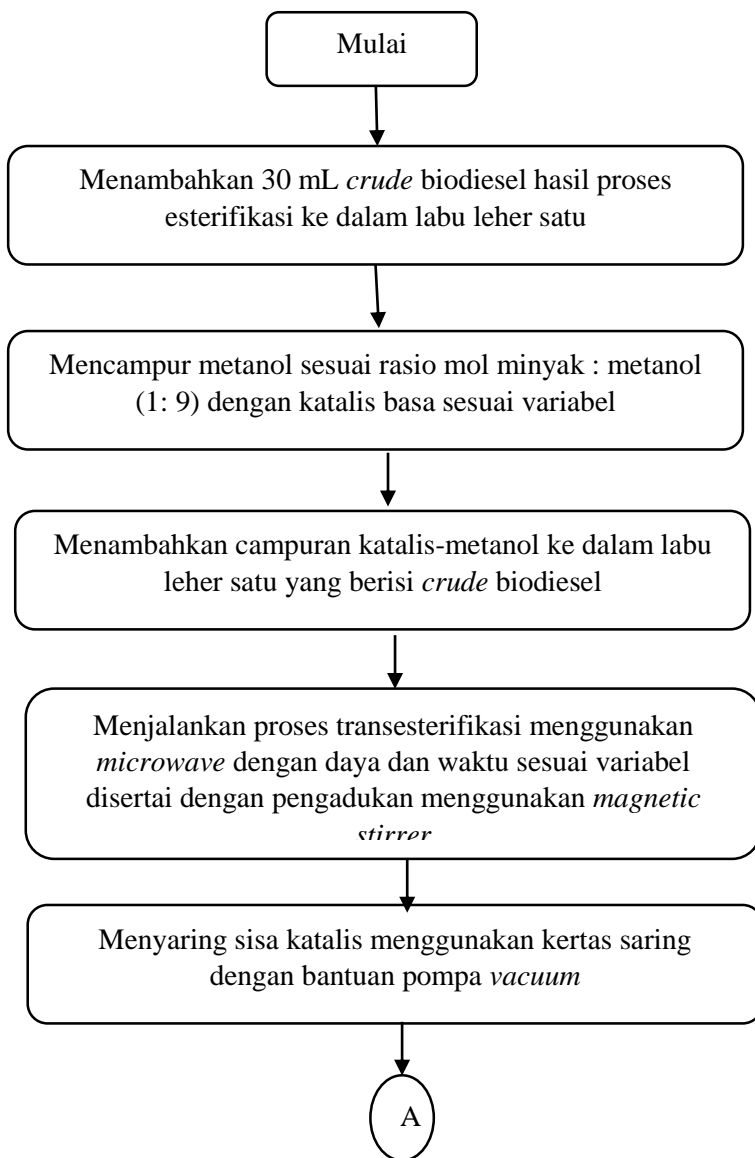


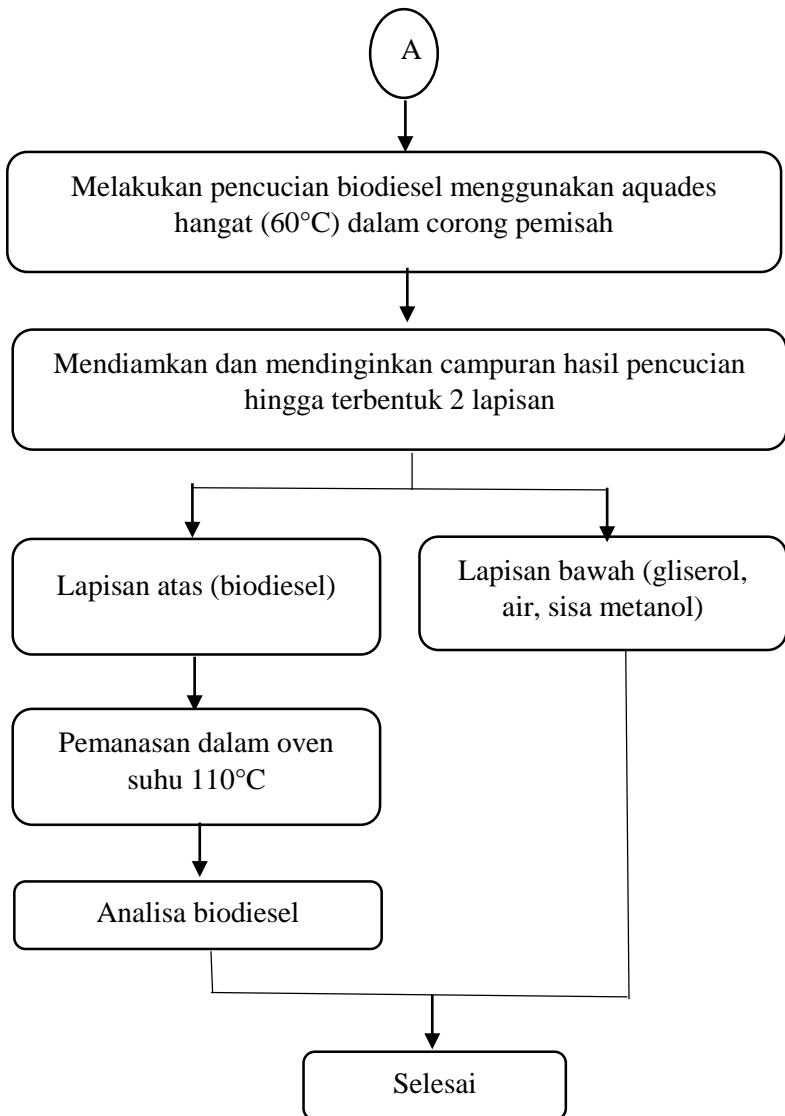
C. Tahap Esterifikasi





D. Tahap Transesterifikasi





III.7 Analisa Data

Biodiesel yang diperoleh dari reaksi transesterifikasi minyak biji nyamplung menggunakan katalis heterogen dengan berbagai variasi pH dianalisa dengan beberapa pengukuran untuk mengetahui kadar dan kualitas.

1. *Yield*

$$\text{Yield FAME} = \frac{\text{Kadar FAME} \times \text{Massa produk transesterifikasi}}{\text{Massa minyak biji nyamplung setelah degumming}}$$

2. Densitas

$$\text{Densitas} = \frac{\text{massa piknometer dan sampel} - \text{massa piknometer kosong}}{\text{volume piknometer}}$$

3. Viskositas kinematik

$$\eta \text{ sampel} = \frac{t \text{ sample} \times \rho \text{ sample}}{t \text{ air} \times \rho \text{ air}} \times \rho \text{ air}$$

$$\text{Vk} = \frac{\eta \text{ sampel}}{\rho \text{ sampel}}$$

Dimana:

η sampel = viskositas dinamik sampel (g/cm. s)

t = waktu alir (sekon)

ρ = densitas (g/mL)

vk = viskositas kinematik (cSt)

4. % FFA

$$\text{Bilangan asam} = \frac{V \times N \times \text{BM KOH}}{M} \text{ mg KOH/g biodiesel atau minyak nabati}$$

dimana:

V= Volume larutan KOH yang dibutuhkan pada titrasi (mL)

N= Normalitas larutan KOH (N)

M= Berat sampel biodiesel (FAME) atau minyak nabati (gram)

BM KOH= Berat molekul KOH yaitu 56,1 g/mol

Konversi Bilangan Asam ke %FFA :

$$\text{Kadar FFA (\%FFA)} = \frac{\text{Bilangan Asam}}{\text{Faktor Konversi}} \%$$

dimana:

Bilangan asam = Jumlah KOH dalam mg yang dibutuhkan untuk menetralkan asam lemak bebas (FFA) untuk tiap gram minyak atau biodiesel (mg KOH/g minyak atau biodiesel)

$$\text{Faktor konversi} = \frac{\text{BM KOH} \times 10}{\text{BM rata-rata FFA}} = \frac{561}{278,0329} = 2,0177$$

5. Berat Molekul Asam Lemak Bebas (FFA) dan Minyak Nyamplung

Berdasarkan data komposisi asam lemak jenuh dan tak jenuh dari minyak nyamplung yang didapatkan dari *The Forestry Research and Development Agency* tahun 2008, maka :

Basis perhitungan : 100 gr minyak biji nyamplung

Massa komponen (gr) = komposisi x 100 gr

$$\text{Mol komponen} = \frac{\text{massa komponen (g)}}{\text{BM komponen } (\frac{\text{g}}{\text{mol}})}$$

Total massa asam lemak = jumlah massa dari tiap komponen

Total mol asam lemak = jumlah mol dari tiap komponen

$$\text{BM campuran asam lemak} = \frac{\text{Total massa asam lemak}}{\text{Total mol asam lemak}}$$

$$\text{BM Minyak Nyamplung} = (3 \times \text{BM}_{\text{Campuran asam lemak}}) + \text{BM}_{\text{Gliserol}} - (3 \times \text{BM}_{\text{Air}})$$

6. Gas Chromatography (GC)

$$\% \text{Komposisi relatif} = \frac{\text{Area (A)}}{\text{Total Area FAME}} \times 100\%$$

Halaman ini sengaja dikosongkan

BAB IV

HASIL DAN PEMBAHASAN

Pada penelitian pembuatan biodiesel dari minyak nyamplung menggunakan *microwave* dengan katalis basa heterogen ini, bahan baku yang digunakan adalah minyak nyamplung, kulit telur, katalis CaO, katalis CaCO₃, dan metanol. Perbandingan mol minyak biji nyamplung dengan metanol yang digunakan adalah 1:9. Penelitian ini menggunakan 4 variable yaitu: macam bahan katalis, daya microwave, konsentrasi katalis, dan waktu reaksi. Macam bahan katalis yang digunakan kulit telur tanpa kalsinasi, kulit telur dengan kalsinasi, CaO sintetis, dan CaCO₃ sintetis dengan variasi daya microwave yang digunakan yaitu 150, 300, dan 450 W. Jumlah persen katalis yang digunakan adalah 1%, 3%, dan 5%. Waktu yang digunakan adalah 10, 20, dan 30 menit. Pembuatan biodiesel ini dilakukan untuk mengetahui pengaruh dari keempat macam variabel pada produk biodiesel yang dihasilkan.

Tahapan penelitian ini dibagi menjadi 2 tahapan, tahapan pertama yaitu preparasi katalis kulit telur dengan proses kalsinasi. Sedangkan pada tahapan kedua yaitu pembuatan biodiesel dengan menggunakan *microwave*.

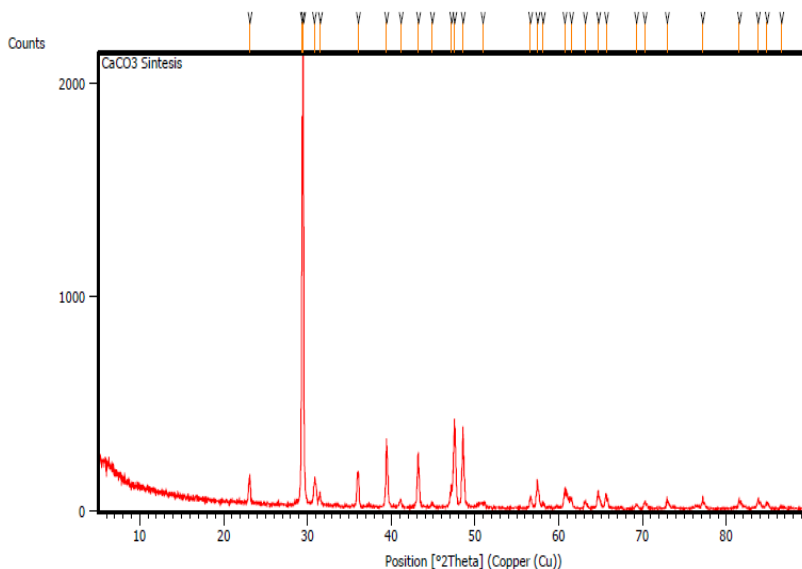
IV.1 Analisa Katalis

IV.1.1 Analisa Katalis CaCO₃ sintetis dan CaCO₃ Kulit Telur

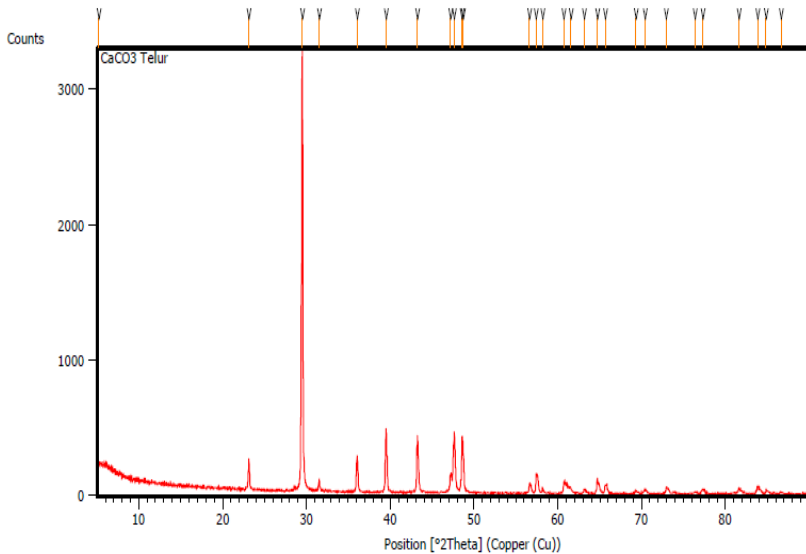
Menurut BC Yung dan S. Gon (2010), kulit telur mengandung 99% CaCO₃. Hasil yang diberikan dari analisa *X-Ray Diffraction* (XRD) pada kulit telur tanpa kalsinasi memiliki pola yang mirip dengan hasil analisa XRD pada CaCO₃ komersial, ditandai dengan letak puncak-puncak dari pola XRD kulit telur sama dengan CaCO₃ komersial dengan variasi.

Berdasarkan Murakami dkk. (2007), kemiripan pola antara hasil XRD kulit telur dibandingkan dengan bahan pembanding yaitu CaCO₃ sintetis, didapatkan apabila sudut penyebaran dari refleksi terkuat yang didapatkan dari sampel memiliki perbedaan \pm

0,2 derajat dan jika *relative intensities* dari refleksi tidak memiliki perbedaan lebih dari 20%. Hasil analisa XRD juga menunjukkan jarak-d yang merupakan jarak antar susunan kristal CaCO_3 , mirip antara kedua sampel dengan nilai $d(\text{\AA})$ untuk kuit telur lebih kecil dibandingkan CaCO_3 komersial.



Gambar IV.1 Hasil XRD pada katalis CaCO_3 komersial



Gambar IV.2 Hasil XRD pada katalis CaCO_3 kulit telur

Tabel IV.1 Data XRD untuk CaCO_3 Kulit Telur dan CaCO_3 Komersial

| CaCO_3 Kulit Telur | | | CaCO_3 komersial | | |
|-----------------------------|---------|-------------|---------------------------|---------|-------------|
| 2θ (derajat) | d (Å) | I/I_0 (%) | 2θ (derajat) | d (Å) | I/I_0 (%) |
| 29,5023 | 3,0278 | 100 | 29,3998 | 3,0356 | 88,8700 |
| 39,5372 | 2,2794 | 13,0600 | 29,4983 | 3,0282 | 100,0000 |
| 43,2250 | 2,0931 | 11,0000 | 39,4331 | 2,2852 | 13,4900 |
| 47,6406 | 1,9089 | 13,6100 | 43,2234 | 2,0932 | 12,1100 |
| 48,5730 | 1,8728 | 12,3400 | 47,5533 | 1,9122 | 19,1400 |
| 48,6839 | 1,8704 | 11,4300 | 48,5621 | 1,8748 | 17,7600 |

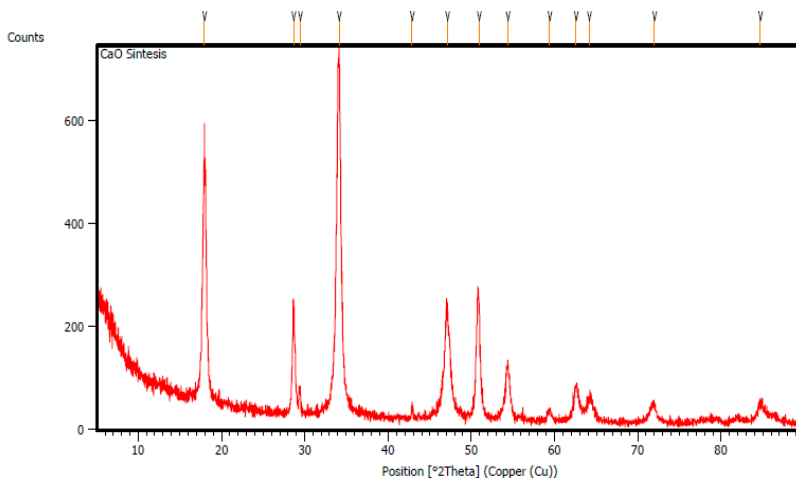
IV.1.2 Analisa Katalis CaO Sintetis dan CaO Kulit Telur

Senyawa utama yang menyusun hampir seluruh bagian kulit telur adalah CaCO_3 , sehingga pemanasan pada suhu tinggi dapat mendekomposisi senyawa CaCO_3 menjadi CaO .

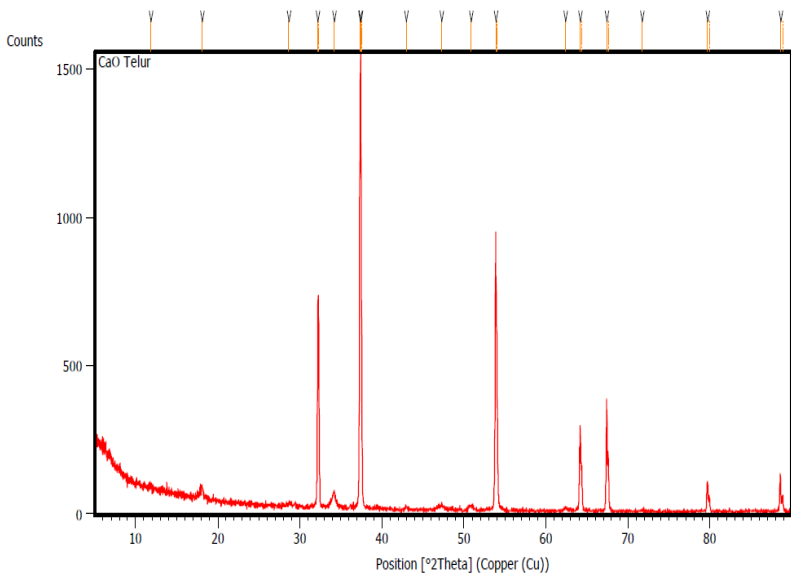


Proses kalsinasi kulit telur bertujuan untuk menghilangkan kandungan air, senyawa organik, serta karbon dioksida yang terdapat di dalam kulit telur. Air dan senyawa organik umumnya dapat dihilangkan dari kulit telur pada temperatur di bawah 600°C sementara karbon dioksida baru dapat dilepaskan dari kulit telur pada temperatur sekitar $700 - 800^\circ\text{C}$. Oleh karena itu, untuk mendapatkan katalis CaO yang baik dari kulit telur, temperatur kalsinasi yang digunakan harus di atas 800°C (Wei, et al., 2009). Pada penelitian proses kalsinasi dilakukan pada suhu 900°C selama 2,5 jam.

Hasil karakterisasi menggunakan XRD menunjukkan bahwa senyawa yang dihasilkan dari kalsinasi kulit telur ayam pada suhu 900°C selama 2,5 jam adalah CaO . Dalam difraktogram tersebut muncul puncak-puncak yang sesuai dengan karakter dari CaO komersial.



Gambar IV.3 Hasil XRD pada katalis CaO komersial



Gambar IV.4 Hasil XRD katalis CaO kulit telur

Tabel IV.2 Data XRD untuk CaO Kulit Telur dan CaO Komersial

| CaO Kulit Telur | | | CaO Komersial | | |
|-------------------------|--------|----------------------|-------------------------|--------|----------------------|
| 2 Θ (derajat) | d (Å) | I/I _o (%) | 2 Θ (derajat) | d (Å) | I/I _o (%) |
| 32,2027 | 2,7775 | 43,7500 | 17,9294 | 4,9474 | 70,9800 |
| 32,2951 | 2,7766 | 40,9000 | 28,6352 | 3,1175 | 31,3500 |
| 37,3192 | 2,4076 | 76,4800 | 34,1404 | 2,6263 | 100,0000 |
| 37,4206 | 2,4013 | 100,0000 | 47,1279 | 1,9284 | 29,6500 |
| 37,5260 | 2,4008 | 50,0000 | 50,9184 | 1,7934 | 32,5400 |
| 53,8604 | 1,7008 | 61,2000 | 54,3479 | 1,6881 | 15,0200 |

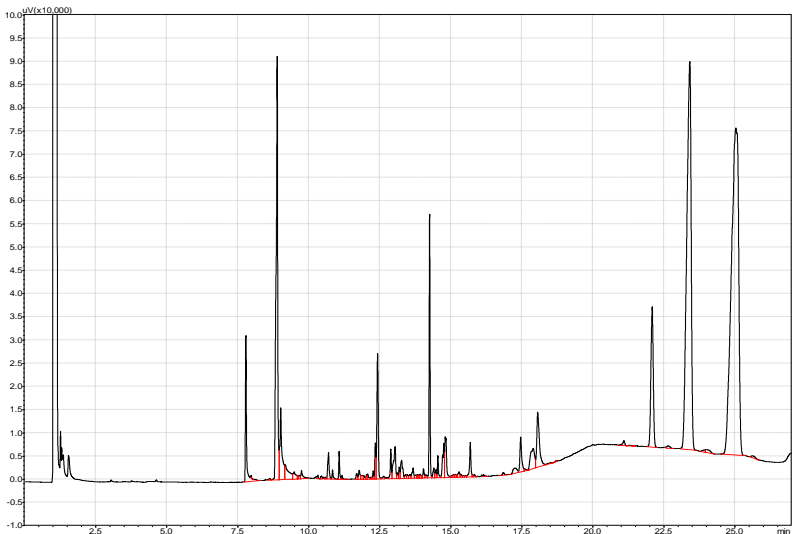
IV.2 Pembuatan Biodiesel

IV.2.1 Karakteristik Minyak Biji Nyamplung

Sebelum digunakan sebagai bahan baku pada proses biodiesel, maka terlebih dahulu harus dilakukan analisa, antara lain: densitas, viskositas, %FFA, dan warna serta uji GC. Analisa ini dilakukan untuk mengetahui karakteristik dari minyak biji nyamplung mentah (*crude nyamplung oil*). Hasil analisa minyak biji nyamplung dapat dilihat pada Tabel IV.3 dan IV.4 berikut ini:

Tabel IV.3 Karakteristik Minyak Mentah Biji Nyamplung

| Parameter | Hasil |
|------------------|-----------------|
| Densitas (g/mL) | 0,9387 |
| Viskositas (cSt) | 53,6259 |
| FFA (%) | 27,9011 |
| Warna | Hijau kehitaman |



Gambar IV.5 Hasil Analisis GC pada Minyak Nyamplung Mentah

Tabel IV.4 Komposisi Analisis GC pada Minyak Nyamplung Mentah

| Jenis komposisi | Komposisi (%) |
|------------------------------|---------------|
| <i>Free Fatty Acid</i> (FFA) | 15,7568 |
| Monogliserida (MAG) | 12,2459 |
| Digliserida (DAG) | 4,6605 |
| Trigliserida (TAG) | 63,9121 |
| Others | 3,4247 |
| Jumlah | 100 |

Pada Tabel IV.3 terlihat bahwa minyak nyamplung mentah berwarna hijau kehitaman (gelap) dan Tabel IV.4 menjelaskan jenis komposisi dan kemurnian dari minyak nyamplung mentah. Mengingat bahwa minyak nyamplung yang digunakan dalam penelitian ini adalah minyak hasil ekstraksi biji nyamplung dengan menggunakan mesin pres mekanik, maka minyak relatif banyak mengandung pengotor-pengotor, baik dari kulit maupun senyawa kimia seperti fosfatida, klorofil, karetenoid dan lain-lain. Sehingga minyak nyamplung ini perlu dilakukan proses *degumming* untuk menghilangkan pengotor-pengotor (gum) agar bisa digunakan untuk pembuatan biodiesel.

IV.2.2 Degumming

Proses degumming merupakan suatu proses untuk menghilangkan zat-zat pengotor yang ada didalam minyak. Zat-zat pengotor yang terikut berupa getah (*gum*) yaitu senyawa fosfatida yang terbawa pada proses pengepresan minyak. Senyawa fosfatida dalam minyak terdiri dari dua macam yaitu fosfatida *hydratable* dan fosfatida *non hydratable*. Fosfatida *hydratable* mudah dipisahkan dengan penambahan air pada suhu rendah sekitar 40°C. Penambahan air ini menjadikan fosfolipid kehilangan sifat lipofilik sehingga mudah dipisahkan dari minyak. Untuk fosfatida *non*

hydratable diubah menjadi fosfatida *hydratable* dengan penambahan asam (Ristianingsih, dkk., 2011).

Pada proses degumming ini, minyak nyamplung mentah dipanaskan terlebih dahulu hingga suhu 80°C. Suhu yang tinggi dimaksudkan untuk reaksi antara asam fosfat dengan getah dapat berlangsung. Kemudian ditambahkan asam fosfat 85% sebanyak 5% v/v minyak dan diaduk hingga warna minyak berubah dari hijau kehitaman menjadi coklat kemerahan (Dewang, dkk. 2015). Semakin cerah penampilan warna minyak nyamplung mengindikasikan bahwa sebagian besar bahan-bahan seperti gum dan klorofil dalam minyak nyamplung telah berhasil dipisahkan (Haryono, dkk, 2016). Selanjutnya minyak hasil degumming dicuci dengan air dalam corong pemisah dan didiamkan hingga terbentuk dua lapisan dan dipisahkan.

Tabel IV.5 Karakteristik Minyak Nyamplung Sebelum dan Setelah *Degumming*

| Pengujian | Balitbang Kehutanan (2008) | | Hasil Uji | |
|---------------------|-------------------------------|-----------------------------|-----------------------------|-----------------------------|
| | Sebelum <i>Degumming</i> | Setelah <i>Degumming</i> | Sebelum <i>Degumming</i> | Setelah <i>Degumming</i> |
| Densitas (gr/mL) | 0,944 | 0,940 | 0,9387 | 0,9132 |
| Viskositas (cSt) | 56,7 | 53,4 | 53,6259 | 40,4428 |
| Warna | Hijau gelap | Kuning kemerahan | Hijau kehitaman | Cokelat kemerahan |

Selain densitas dan viskositas, kadar FFA dalam minyak nyamplung juga mengalami penurunan setelah proses degumming, dari 27,9011% menjadi 19,3069%.

IV.2.3 Esterifikasi

Esterifikasi adalah tahap konversi dari *free fatty acid* menjadi ester. Esterifikasi mereaksikan minyak lemak dengan alkohol. Katalis-katalis yang cocok adalah katalis bersifat asam kuat, seperti asam sulfat, asam sulfonat organik, atau resin penukar asam kuat lainnya yang merupakan katalis-katalis yang biasa terpilih dalam proses industri (Handayani, 2010). Tahap esterifikasi dibutuhkan dalam proses pembuatan biodiesel dari minyak nyamplung, karena minyak nyamplung memiliki kadar FFA (*free fatty acid*) yang cukup tinggi yaitu 19,2% (setelah proses degumming). Kadar FFA yang tinggi ($> 2\%$) dapat menyebabkan reaksi saponifikasi pada tahap selanjutnya (tahap transesterifikasi) yaitu reaksi yang terjadi antara FFA dengan katalis basa. Akibat reaksi saponifikasi ini, katalis basa harus terus ditambahkan karena sebagian katalis basa akan habis bereaksi membentuk produk samping berupa sabun. Kehadiran sabun dapat menyebabkan meningkatnya pembentukan gel dan viskositas pada produk biodiesel serta menjadi penghambat dalam pemisahan produk biodiesel dari campuran reaksi karena menyebabkan terjadinya pembentukan emulsi (Santoso, dkk. 2013).

Dalam penelitian ini menggunakan metanol sebagai alkohol pereaktannya dengan pertimbangan metanol memiliki harga yang lebih murah dibandingkan alkohol lainnya. Konversi FFA oleh metanol lebih tinggi dibandingkan etanol karena dapat bereaksi lebih cepat dengan asam lemak (Yuan *et al.*, 2009). Berdasarkan mekanisme pemanasan *microwave*, hanya molekul-molekul polar yang menyerap energi panas dari *microwave*, sehingga metanol dipilih sebagai reaktan karena memiliki polaritas paling besar dibandingkan alkohol lainnya (Li Xinhao dan Xu Jiayi, 2017)

Selain pemilihan reaktan, proses esterifikasi juga dipengaruhi daya *microwave*, kadar katalis, waktu reaksi, dan perbandingan mol minyak dengan metanol. Menurut Zhang *et al.* (2012), semakin tinggi daya *microwave* semakin tinggi pula konversi FFA, namun pada daya tertentu konversi FFA akan menurun. Hal tersebut dapat disebabkan menguapnya metanol karena daya terlalu tinggi sehingga konversi FFA menjadi tidak maksimal, sehingga dibutuhkan metanol berlebih.

Proses esterifikasi dilakukan dengan cara mereaksikan minyak hasil degumming dengan metanol dengan perbandingan mol untuk minyak hasil degumming : metanol (1:40) dan asam sulfat 98% sebagai katalis. Reaksi dilakukan dalam labu leher satu dengan daya tetap 450 Watt selama 20 menit. Selama proses esterifikasi, larutan diaduk menggunakan *magnetic stirrer*. Minyak hasil proses esterifikasi kemudian dicuci dengan air dalam corong pemisah.

Tabel IV.6 Pengaruh Kadar Katalis H₂SO₄ terhadap kadar FFA

| Konsentrasi katalis (% w/w) | kadar FFA (%) |
|-----------------------------|---------------|
| 5% | 0.5234 |
| 10% | 0.4076 |
| 15% | 0.3428 |

Dari Tabel IV.6 menunjukkan penggunaan konsentrasi katalis yang dicoba sudah memenuhi syarat untuk konsentrasi FFA (%) yaitu kurang dari 2% sehingga bisa dilanjutkan ke proses transesterifikasi. Jadi pada penelitian ini, kami memilih konsentrasi 10% (w/w) untuk proses esterifikasi.

Tabel IV.7 Karakteristik Minyak Nyamplung Sebelum dan Setelah Esterifikasi

| Pengujian | Sebelum Esterifikasi | Setelah Esterifikasi |
|---------------------|----------------------|----------------------|
| Densitas (g/mL) | 0,9132 | 0,9030 |
| Viskositas (cSt) | 40,4428 | 22,3905 |
| Konsentrasi FFA (%) | 19,3074 | 0,4076 |

IV.2.4 Transesterifikasi

Transesterifikasi adalah tahap utama dalam proses pembuatan biodiesel karena bertujuan untuk mengubah trigliserida yang terdandung dalam minyak nabati menjadi *Fatty Acid Methyl Ester* (FAME) atau biodiesel dengan produk samping berupa gliserol. Reaksi ini diawali dengan perendaman katalis dengan metanol teknis agar terbentuk gugus metoksi. Gugus metoksi ini akan menyerang karbocation pada gugus karboksilat trigliserida sehingga membentuk senyawa antara alkoksikarbonil. Perpindahan elektron akibat resonansi yang menyebabkan gugus karboksilat terlepas sebagai metil ester dan digliserida (Natalia dkk, 2017).

IV.2.4.1 Pengaruh dari Beberapa Parameter terhadap *Yield* Biodiesel

Yield merupakan perbandingan antara massa produk biodiesel dengan massa bahan baku awal (minyak biji nyamplung). Data (massa biodiesel) yang didapat dari percobaan bukan merupakan biodiesel murni dikarenakan adanya *impurities* selama proses berlangsung. Namun, kemurnian suatu produk tersebut

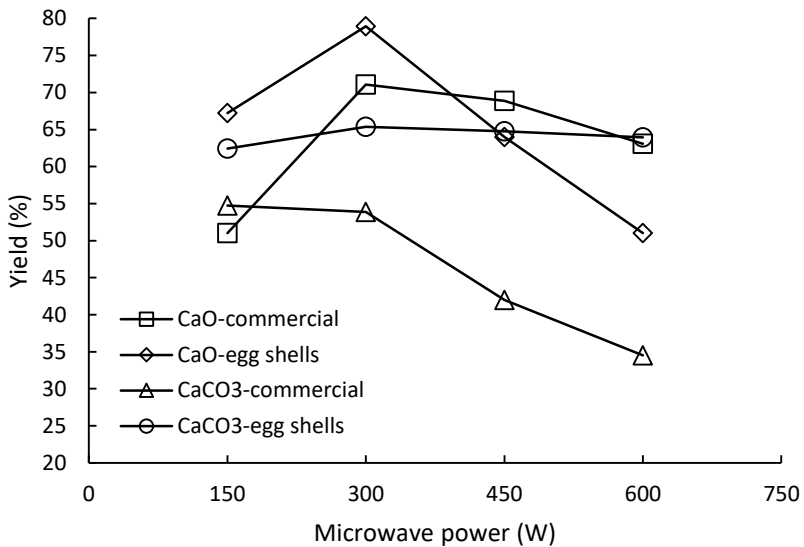
dapat dicari dengan menggunakan pendekatan penurunan viskositas minyak biji nyamplung menjadi biodiesel dari persamaan Arrhenis sebagai berikut :

$$\ln(\eta_{\max}) = x_1 \ln(\eta_1) + x_2 \ln(\eta_2) \quad (4-1)$$

Berdasarkan persamaan (4-1) di atas kemudian dilakukan perhitungan kadar metil ester hasil transesterifikasi pada berbagai variabel (Tesfa et al, 2010).

IV.2.4.1.1 Pengaruh Daya terhadap *Yield* Produk Biodiesel

Daya adalah banyaknya energi yang dihantarkan per satuan waktu (J/s). Daya dalam proses transesterifikasi memiliki pengaruh terhadap *yield* biodiesel dari minyak nyamplung yang dihasilkan. Telah diketahui bahwa daya dalam transesterifikasi menggunakan *microwave* akan mengontrol besarnya energi yang akan diterima oleh bahan (minyak dan metanol) untuk diubah menjadi energi panas. Energi panas inilah yang membantu proses transesterifikasi sehingga dapat mengubah minyak dan metanol menjadi biodiesel. Daya *microwave* yang digunakan dalam proses transesterifikasi sangat terkait dengan temperatur proses, dimana semakin besar daya yang digunakan maka temperatur sistem pada proses transesterifikasi akan semakin tinggi. Daya yang digunakan antara lain 150 W, 300 W, 450 W, dan 600 W. Optimasi proses transesterifikasi perlu dilakukan untuk menentukan kondisi operasi yang terbaik ditinjau dari berbagai bidang seperti kualitas biodiesel maupun segi ekonomi. *Yield* biodiesel yang dihasilkan merupakan salah satu faktor penting karena akan berpengaruh terhadap tingkat keekonomisan proses.



Gambar IV.6 Pengaruh Daya terhadap *Yield* Biodiesel dengan Konsentrasi Katalis 1% dan Waktu Pemanasan 10 menit

Daya *microwave* perlu diperhatikan dalam penentuan kondisi operasi transesterifikasi yang optimal. Dari Gambar IV.6 mempresentasikan pengaruh daya terhadap *yield* biodiesel pada masing-masing jenis katalis yang digunakan. Konsentrasi katalis 1% (w/w) dan waktu 10 menit dipilih karena merupakan konsentrasi dan waktu terbaik dari ketiga variabel konsentrasi dan waktu yang telah diujikan sebelumnya, karena menghasilkan *yield* terbesar pada masing-masing jenis katalis. Dari hasil percobaan ini, pola yang terbentuk pada hubungan daya terhadap *yield* adalah sebagai berikut, terjadi kenaikan *yield* dari daya 150 W ke daya 300 W kecuali pada jenis katalis CaCO₃ komersial, sedangkan dari daya 300 W ke 600 W terjadi penurunan *yield* pada semua jenis katalis basa. Pada daya di atas 300 W, reaktan menjadi lebih cepat panas yang menyebabkan metanol lebih sering menguap memenuhi kondensor reflux sehingga kontak antara minyak dan

metanol pada daya di atas 300 W lebih jarang dibandingkan dengan daya 300 W. Kenaikan daya dari 150 W ke 300 W yang disajikan pada Gambar IV.5, pada jenis katalis CaO komersial, nilai *yield* meningkat 39,25% (dari 51,04% ke 71,07%), pada jenis katalis CaO kulit telur, nilai *yield* meningkat 17,39% (dari 67,23% ke 78,92%), pada jenis katalis CaCO₃ kulit telur, nilai *yield* meningkat 4,71% (dari 62,42% ke 65,36%), namun pada jenis katalis CaCO₃ komersial malah mengalami penurunan sebesar 1,58% (dari 54,76% ke 53,89%). Pada kenaikan daya 450 W, nilai *yield* mengalami penurunan dari daya 300 W. Pada daya 450 W, nilai *yield* yang dihasilkan sebesar 68,86% (CaO komersial), 64,01% (CaO kulit telur), 41,97% (CaCO₃ komersial), dan 64,78% (CaCO₃ kulit telur). Pada penentuan daya terbaik ditinjau dari *yield* biodiesel yang dihasilkan ada beberapa faktor yang diperhatikan, diantaranya kenaikan *yield*, nilai *yield*, dan segi ekonomi. Pada daya 300 W memiliki nilai *yield* yang paling tinggi untuk semua jenis katalis dari pada daya yang lainnya. Sehingga apabila ditinjau dari kenaikan nilai *yield* dan segi ekonomi, maka disimpulkan bahwa daya 300 W lebih optimal dari pada daya yang lainnya. Menurut Marnoto dan Endang (2010) tentang biodiesel dari minyak nyamplung dengan katalis kapur tohor dan spiritus memilih suhu 60°C sebagai kondisi operasinya. Sebagaimana dalam beberapa penelitian yang sudah ada, pada katalis basa, suhu yang terlalu tinggi justru akan menurunkan *yield* biodiesel karena adanya reaksi samping yang tidak diharapkan (reaksi saponifikasi). Pada penelitian menggunakan katalis heterogen (padat) ini, dengan adanya pengadukan mengakibatkan partikel dari katalis tersebar merata di reaktan sehingga kontak antar molekul selalu terjadi.

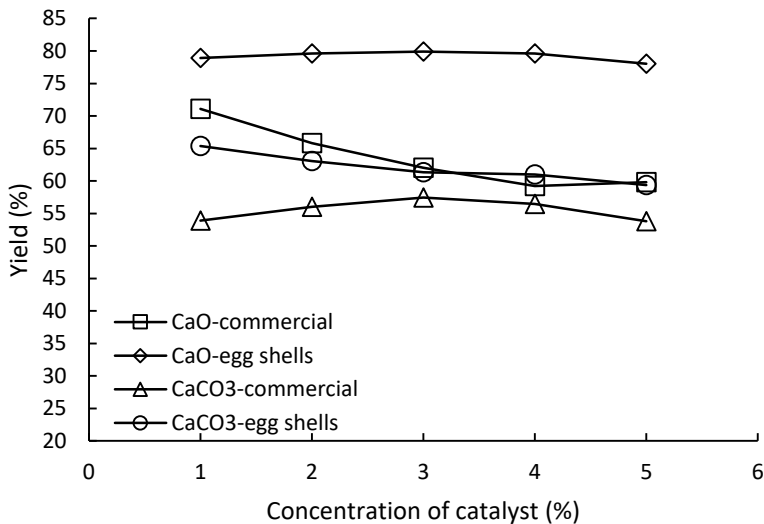
Dilihat dari pengaruh daya terhadap *yield* biodiesel dapat diketahui bahwa katalis CaO kulit telur memiliki nilai *yield* tertinggi dari ketiga jenis katalis yang lain untuk daya 300 W. Nilai *yield* yang paling optimal untuk ke empat jenis katalis didapatkan pada konsentrasi katalis 1% dengan variable waktu 10 menit dan daya 300 Watt, yaitu untuk katalis CaO dari kulit telur sebesar 78,92%, untuk katalis CaO komersial sebesar 71,07%, untuk

katalis CaCO_3 kulit telur sebesar 65,36% dan untuk katalis CaCO_3 komersial sebesar 53,89%. Hal ini menjelaskan bahwa CaO hasil kalsinasi lebih optimal dari pada CaO komersial dan CaCO_3 kulit telur lebih baik dari CaCO_3 komersial. Untuk nilai *yield* yang lain dapat dilihat pada Tabel B.4.1 s.d. B.4.4.

Pada semua penjelasan diatas, secara umum dapat disimpulkan bahwa dengan adanya perbedaan daya *microwave* dalam reaksi transesterifikasi dapat mempengaruhi nilai *yield* yang diperoleh. Energi yang dipancarkan dalam *microwave* berupa gelombang elektromagnetik. Besaran energi gelombang persatuan waktu ini dicerminkan sebagai daya *microwave*. Pemanasan menggunakan *microwave* dapat berlangsung sangat cepat karena kemampuan absorpsi energi *microwave* terhadap molekul polar (metanol) sangat tinggi, dengan adanya perpindahan panas pada *microwave* secara cepat menuju molekul bahan dalam medan elektromagnetik sehingga dapat meningkatkan nilai *yield*. Hal ini disebabkan karena semakin besar daya akan memberikan efek thermal yang besar pula yang ditandai dengan peningkatan suhu yang cepat. Reaktan yang telah terkonversi menjadi biodiesel dan gliserol akan mengalami reaksi lanjut seiring peningkatan tekanan dan peningkatan suhu (Refaat, 2008).

IV.2.4.1.2 Pengaruh Konsentrasi Katalis terhadap *Yield* Produk Biodiesel

Dalam suatu penelitian yang bertujuan untuk mencari kondisi yang terbaik dari suatu reaksi, maka pengaruh konsentrasi katalis terhadap *yield* sangat penting diketahui karena juga berhubungan dengan nilai ekonomis suatu proses. Katalis berperan penting untuk mempercepat reaksi dalam proses pembentukan metil ester karena katalis disini berfungsi sebagai tempat bertemunya antara metanol dan minyak nyamplung sehingga reaksi akan lebih mudah terjadi. Untuk mengetahui pengaruh konsentrasi katalis terhadap *yield* biodiesel digunakan daya operasi 300 W dengan waktu operasi 10 menit untuk konsentrasi katalis 1%; 2%; 3%; 4%; dan 5% (w/w).



Gambar IV.7 Pengaruh Konsentrasi Katalis terhadap *Yield* Biodiesel dengan Daya Optimal 300 Watt untuk Waktu Pemanasan 10 menit

Dari Gambar IV.7 menunjukkan bahwa pada konsentrasi berbagai jenis katalis basa heterogen dengan daya 300 W dan waktu 10 menit dapat dilihat bahwa semakin banyak konsentrasi katalis yang digunakan, maka nilai *yield* produk meningkat untuk katalis CaO kulit telur dan CaCO₃ komersial, namun terjadi sebaliknya untuk jenis katalis CaO komersial dan CaCO₃ kulit telur, nilai *yield* yang dihasilkan malah semakin menurun. Meningkatnya nilai dari *yield* ini dikarenakan semakin banyak trigliserida dalam minyak biji nyamplung yang akan bereaksi dengan methanol dengan bantuan katalis sehingga akan menghasilkan biodiesel yang lebih banyak. Daya 300 Watt dipilih karena merupakan daya terbaik dari keempat variabel daya yang telah diujikan. Pengaruh konsentrasi katalis terhadap *yield* biodiesel pada daya 300 W dan waktu pemanasan 10 menit ditunjukkan oleh Gambar IV.7, pada katalis CaO kulit telur,

kenaikan nilai *yield* dari konsentrasi katalis 1% ke 2% sebesar 0,89% (dari 78,92% ke 79,62%), dari konsentrasi katalis 2% ke 3% sebesar 0,34% (dari 79,62% ke 79,89%), akan tetapi dari konsentrasi katalis 3% ke 4% malah mengalami penurunan nilai *yield* sebesar 0,35% (dari 79,89% ke 79,61%), begitu juga dari konsentrasi katalis 4% ke 5% turun sebesar 1,99% (dari 79,61% ke 78,02%). Pada katalis CaCO_3 komersial, kenaikan nilai *yield* dari konsentrasi 1% ke 2% sebesar 3,89% (dari 53,89% ke 55,99%), dari konsentrasi 2% ke 3% sebesar 2,58% (dari 55,99% ke 57,44%), akan tetapi untuk konsentrasi katalis diatas 3% malah mengalami penurunan. Untuk katalis CaO kulit telur dan CaCO_3 komersial, kenaikan *yield* yang paling besar terjadi pada kenaikan konsentrasi katalis 1% ke 2%, namun nilai *yield* yang dihasilkan masih lebih rendah dari pada nilai *yield* yang dihasilkan pada konsentrasi 3%. Oleh karena itu, dapat disimpulkan bahwa konsentrasi katalis 3% adalah konsentrasi yang paling optimal untuk katalis CaO kulit telur dan CaCO_3 komersial. Hal ini sesuai dengan penelitian yang dilakukan oleh Silitonga *et al.* (2013) yang meneliti tentang pembuatan biodiesel dari minyak nyamplung dengan katalis NaOH yang menunjukkan bahwa kenaikan konsentrasi katalis akan menaikkan nilai *yield* juga hingga suatu titik tertentu dimana penambahan katalis justru akan mengurangi nilai *yield*. Hal tersebut dikarenakan pada konsentrasi katalis yang melebihi konsentrasi optimum akan meningkatkan pembentukan sabun sehingga *yield* yang dihasilkan akan berkurang.

Sedangkan untuk katalis CaO komersial terjadi sebaliknya, yaitu mengalami penurunan nilai *yield* dengan meningkatnya konsentrasi katalis, yaitu dari konsentrasi 1% ke 2% sebesar 7,40% (dari 71,07% ke 65,81%), dari konsentrasi 2% ke 3% sebesar 5,73% (dari 65,81% ke 62,04%), begitu juga dari konsentrasi 3% ke 4% sebesar 4,55% (dari 62,04% ke 59,22%), namun untuk konsentrasi 4% ke 5% mengalami sedikit kenaikan sebesar 1,00% (dari 59,22% ke 59,81%). Hal yang sama terjadi pada katalis CaCO_3 kulit telur, yaitu semakin meningkatnya konsentrasi katalis menyebabkan *yield* yang dihasilkan semakin menurun. Penurunan

nilai *yield* terjadi untuk setiap kenaikan konsentrasi katalis, namun penurunan terbesar terjadi dari konsentrasi katalis 1% ke 2% sebesar 3,51% (dari 65,36% ke 63,07%). Hal ini dikarenakan minyak atau produk tertinggal bersama katalis saat proses penyaringan, sehingga semakin meningkatnya katalis menyebabkan *yield* yang semakin menurun. Dalam kondisi ini, perpindahan massa yang intensif menjadi lebih penting dari pada meningkatkan jumlah katalis. Oleh karena itu, dapat disimpulkan bahwa konsentrasi paling optimal untuk katalis CaO komersial dan CaCO₃ kulit telur adalah 1%. Semakin sedikit katalis yang digunakan maka akan lebih ekonomis apabila *yield* yang dihasilkan tidak terlalu signifikan perbedaannya.

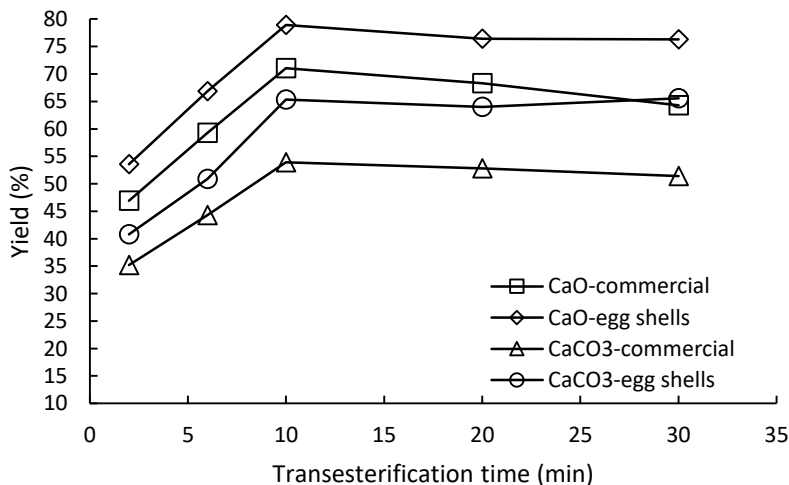
Dilihat dari pengaruh variabel konsentrasi katalis terhadap *yield* biodiesel dapat diketahui bahwa katalis CaO kulit telur memiliki nilai *yield* tertinggi dari ketiga jenis katalis yang lain untuk semua konsentrasi. Nilai *yield* tertinggi untuk katalis CaO dari kulit telur sebesar 79,89%, untuk katalis CaO komersial sebesar 71,07%, untuk katalis CaCO₃ kulit telur sebesar 65,36% dan untuk katalis CaCO₃ komersial sebesar 57,44%. Sedangkan nilai *yield* yang paling optimal untuk ke empat jenis katalis didapatkan pada konsentrasi katalis 1% dengan variable waktu 10 menit dan daya 300 Watt, yaitu sebesar 71,07% (CaO komersial), 78,92% (CaO kulit telur), 57,44% (CaCO₃ komersial), dan 65,36% (CaCO₃ kulit telur). Hal ini menjelaskan bahwa CaO hasil kalsinasi lebih optimal dari pada CaO komersial dan CaCO₃ kulit telur lebih baik dari CaCO₃ komersial. Untuk nilai *yield* yang lain dapat dilihat pada Tabel B.4.1 s.d. B.4.4.

Pada semua penjelasan diatas, secara umum dapat disimpulkan bahwa dengan adanya penambahan katalis basa dalam reaksi transesterifikasi menggunakan gelombang *microwave* dapat mempengaruhi *yield* yang diperoleh. *Yield* yang dihasilkan dalam tiap penelitian berbeda-beda, hal ini dimungkinkan karena penggunaan jenis minyak dan jenis katalis yang berbeda-beda. Semakin besar konsentrasi katalis pada campuran maka semakin cepat reaksi itu berlangsung. Penggunaan katalis basa yang

berlebih juga akan terikut pada lapisan organik, sehingga asam lemak bebas yang terkandung dalam bahan baku akan bereaksi dengan katalis basa berlebih yang dapat meningkatkan viskositas dari biodiesel sehingga terbentuk lebih banyak gel, dimana metil ester terlarut dalam gliserol sehingga menyebabkan *yield* metil ester menjadi berkurang (Chen, K.S., dkk, 2012).

IV.2.4.1.3 Pengaruh Waktu Pemanasan terhadap *Yield* Produk Biodiesel

Dalam suatu penelitian yang bertujuan untuk mencari kondisi yang terbaik dari suatu reaksi, maka pengaruh waktu pemanasan terhadap *yield* sangat penting diketahui karena juga berhubungan dengan nilai ekonomis suatu proses. Untuk mengetahui pengaruh waktu pemanasan *microwave* terhadap *yield* biodiesel, maka digunakan daya operasi 300 W dengan konsentrasi katalis 1% (w/w) untuk waktu pemanasan 2, 6, 10, 20, dan 30 menit.



Gambar IV.8 Pengaruh Waktu Pemanasan terhadap *Yield* Biodiesel dengan Daya Optimal 300 Watt dan Konsentrasi Katalis 1%

Dari Gambar IV.8 dapat dilihat bahwa pada waktu 2 sampai 30 menit dengan jenis katalis basa heterogen: CaO komersial, CaO kulit telur, CaCO₃ komersial, dan CaCO₃ kulit telur, didapatkan nilai *yield* dengan pola yang cenderung sama. Kenaikan nilai *yield* ini dikarenakan semakin lama waktu dari percobaan, maka semakin banyak trigliserida dalam minyak nyamplung yang akan bereaksi dengan metanol dan menghasilkan biodiesel yang lebih banyak. Daya 300 Watt dipilih karena merupakan daya terbaik dari keempat variabel daya yang telah diujikan. Pengaruh lama waktu pemanasan terhadap *yield* biodiesel yang ditunjukkan oleh Gambar IV.8, diperoleh nilai kenaikan *yield* pada katalis CaO kulit telur dari waktu 2 sampai 6 menit sebesar 24,76% (dari 53,58% ke 66,85%), dari 6 sampai 10 menit sebesar 18,06% (dari 66,85% ke 78,92%), namun dari waktu 10 sampai 20 menit justru mengalami penurunan sebesar 3,15% (dari 78,92% ke 76,43%), begitu pula dari 20 sampai 30 menit penurunan *yield* sebesar 0,20% (dari 76,43% ke 76,28%). Dari kenaikan nilai *yield* tersebut, kenaikan paling signifikan dari 2 sampai 6 menit, namun nilai *yield* yang dihasilkan dari 2 sampai 6 menit masih lebih kecil dari pada nilai *yield* pada waktu 10 menit yaitu sebesar 78,92%. Sehingga dapat disimpulkan bahwa waktu yang paling optimal untuk katalis CaO kulit telur adalah 10 menit. Karena pada waktu kurang dari 10 menit dikhawatirkan reaksi kurang sempurna, sehingga *yield* yang diperoleh masih kecil karena waktu yang sangat pendek dimungkinkan masih banyaknya minyak nyamplung yang belum terkonversi secara sempurna menjadi biodiesel sehingga densitasnya pun masih tinggi. Namun jika lebih dari 10 menit dapat mengakibatkan produk biodiesel berkurang. Hal ini menunjukkan bahwa dalam waktu 10 menit kesetimbangan reaksi telah tercapai, sehingga penambahan waktu tidak menguntungkan dalam meningkatkan nilai *yield*. Didukung oleh teori yang menyatakan bahwa reaksi transesterifikasi adalah reaksi *reversible* (bolak-balik), sehingga apabila sudah mencapai kesetimbangan, reaksi akan bergeser ke kiri yang akan memperkecil produk yang dihasilkan, karena konsentrasi reaktan

semakin berkurang yang menyebabkan kecepatan reaksi semakin kecil (Atadashi, dkk, 2013).

Sedangkan untuk katalis CaO komersial, diperoleh kenaikan nilai *yield* untuk penambahan waktu dari 2 sampai 6 menit sebesar 26,34% (dari 46,92% ke 59,28%), untuk waktu 6 sampai 10 menit kenaikan sebesar 19,89% (dari 59,28% ke 71,07%). Sedangkan dari waktu 10 menit sampai 30 menit mengalami penurunan terus-menerus. Penurunan nilai *yield* dari waktu 10 sampai 20 menit lebih kecil dari pada waktu 20 sampai 30 menit, yaitu sebesar 3,86% (dari 71,07% ke 68,32%). Begitu pula dari 20 sampai 30 menit sebesar 5,94% (dari 68,32% ke 64,26%). Hal ini menunjukkan bahwa pada waktu 10 menit sudah tercapai reaksi kesetimbangan, sehingga penambahan waktu mengakibatkan *yield* berkurang.

Sama halnya dengan katalis CaO, pada katalis CaCO₃ komersial juga mengalami kenaikan nilai *yield* seiring lamanya waktu pemanasan. Kenaikan waktu pemanasan dari 2 sampai 6 menit menaikkan nilai *yield* sebesar 25,81% (dari 35,20% ke 44,29%), kenaikan *yield* dari 6 sampai 10 menit sebesar 21,69% (dari 44,29% ke 53,89%). Namun dari waktu 10 sampai 30 menit mengalami penurunan nilai *yield*. Penurunan nilai *yield* dari waktu pemanasan 10 sampai 20 menit sebesar 2,00% (dari 53,89% ke 52,82%), dan dari waktu 20 sampai 30 menit sebesar 2,66% (dari 52,82% ke 51,41%).

Sedangkan pada katalis CaCO₃ kulit telur mengalami kenaikan nilai *yield* yang hampir sama dengan katalis yang lainnya. Kenaikan waktu dari 2 sampai 6 menit mengalami kenaikan nilai *yield* sebesar 24,72% (dari 40,81% ke 50,90%), begitu pula kenaikan waktu dari 6 sampai 10 menit mengalami kenaikan *yield* sebesar 28,41% (dari 50,90% ke 65,36%). Namun mengalami penurunan nilai *yield* pada kenaikan waktu dari 10 sampai 20 menit sebesar 2,10% (dari 65,36% ke 63,99%), sedangkan pada kenaikan waktu dari 20 sampai 30 menit mengalami kenaikan sebesar 2,51% (dari 63,99% ke 65,60%).

Dilihat dari pengaruh variabel waktu pemanasan terhadap *yield* biodiesel dapat diketahui bahwa *yield* yang didapatkan oleh katalis CaO kulit telur dan CaO lebih baik dari pada katalis komersial CaCO₃ kulit telur dan CaCO₃ komersial. Nilai *yield* yang dihasilkan CaO kulit telur berkisar antara 53,58 – 78,92%, untuk CaO komersial berkisar antara 46,92 – 71,07%, untuk CaCO₃ kulit telur berkisar antara 40,81 – 65,60%, dan untuk CaCO₃ komersial berkisar antara 35,20 – 53,89%. Nilai *yield* yang masih kecil dikarenakan semakin lama waktu pemanasan menyebabkan semakin banyak minyak atau produk yang terjebak pada bagian katalis dan terikut di dalam katalis saat proses penyaringan sehingga *yield* yang didapatkan akan berkurang. Menurut penelitian yang sudah dilakukan Haryono, dkk (2016), menjelaskan bahwa penurunan *yield* biodiesel pada lama reaksi 3 jam kemungkinan disebabkan terjadinya penggerusan (pengecilan) ukuran dari CaO sebagai akibat gesekan antar permukaan partikel CaO maupun antara partikel CaO dengan pengaduk (*magnetic bar*). Pengecilan ukuran CaO ini menyebabkan semakin banyak biodiesel yang terjebak pada bagian mikropori CaO yang terbentuk, dan terikut di dalam CaO pada tahap pemisahan CaO dari biodiesel, sehingga mengurangi *yield* biodiesel.

Pada semua penjelasan diatas, secara umum dapat disimpulkan bahwa semakin lama waktu pemanasan yang digunakan dalam proses transesterifikasi maka akan semakin besar reaktan yang terkonversi menjadi produk. Namun apabila reaksi telah mencapai suatu kesetimbangan reaksi, maka penambahan waktu pemanasan tidak akan meningkatkan nilai *yield* melainkan dapat menurunkan nilai *yield*. Hal ini dikarenakan reaksi yang terjadi pada proses transesterifikasi adalah reaksi *reversible* (bolak-balik), sehingga semakin lama waktu pemanasan menyebabkan rekatan semakin sedikit dan produk semakin besar yang nantinya dapat menyebabkan reaksi berbalik arah ke arah reaktan. Menurut Freedman, dkk (1984), ketika reaksi dilanjutkan dengan waktu yang lebih lama, maka hasil konversi biodiesel yang diperoleh semakin menurun seiring dengan penambahan waktu radiasi

karena reaksi transesterifikasi merupakan reaksi dapat balik. Dimana setelah mencapai titik optimum, maka reaksi akan bergeser kearah reaktan kembali. Apabila ditinjau dari waktu reaksi proses ini jauh lebih cepat dengan waktu reaksi dalam satuan menit, jika dibandingkan proses konvensional masih membutuhkan waktu dalam satuan jam. Dari segi katalis, biaya katalis heterogen lebih murah, katalis heterogen juga lebih mudah untuk dipisahkan dan dapat digunakan kembali untuk proses selanjutnya (Lam, dkk, 2010). Dari pembahasan di atas terlihat bahwa waktu pemanasan memberikan pengaruh yang besar terhadap *yield* yang dihasilkan. Sehingga dapat disimpulkan bahwa dalam proses transesterifikasi menggunakan *microwave* lebih pada pemanfaatan waktu yang digunakan, yaitu selektifitas waktu untuk menghasilkan reaksi yang sempurna.

IV.2.4.2 Analisis Densitas Produk Biodiesel

Densitas adalah parameter yang harus dipenuhi biodiesel agar dapat digunakan secara optimal pada mesin diesel. Densitas adalah perbandingan jumlah massa suatu zat terhadap volumenya pada suhu tertentu. Semakin rendah suhu, maka berat jenis biodiesel akan semakin tinggi dan begitu juga sebaliknya. Keberadaan gliserol dalam biodiesel mempengaruhi densitas biodiesel karena gliserol memiliki densitas yang cukup tinggi (1,26 g/mL). Sehingga jika gliserol tidak terpisah dengan baik dari biodiesel, maka densitas biodiesel akan meningkat. Minyak biji nyamplung diukur dengan menggunakan piknometer 5 ml. Batas densitas yang diizinkan oleh SNI 7182-2012 (0,850-0,890 g/mL pada suhu 40 °C).

Tabel IV.8 Densitas Biodiesel Menggunakan Katalis Basa Heterogen

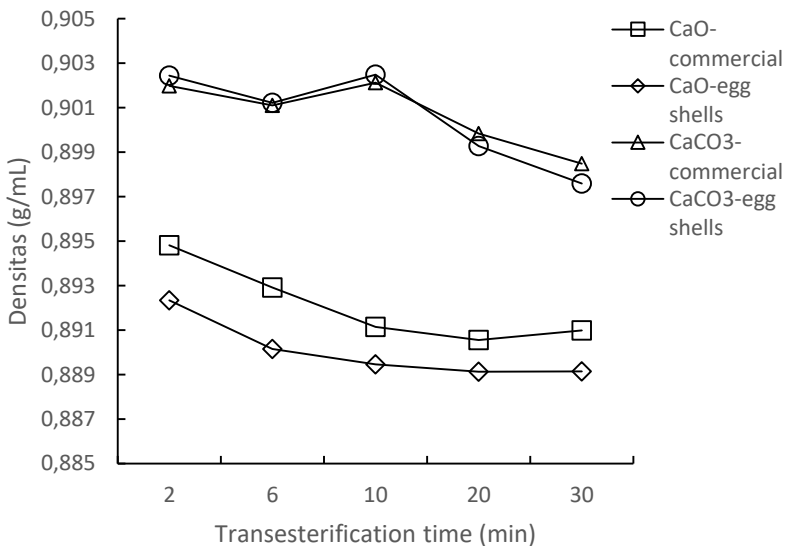
| Jenis Katalis | | Hasil Analisa pada 40 °C (g/ml) | | Standard SNI |
|---------------|-----------|------------------------------------|--------------------|-----------------|
| CaO | Komersial | 0,8835 – 0,8948 | 0,8908 ± 0,0030 | |

| | | | | |
|-------------------|-------------|--------------------|--------------------|--------------------------|
| | Kulit telur | 0,8884 – 0,8964 | 0,8906 ± 0,0020 | 0,850 – 0,890 g/ml |
| CaCO ₃ | Komersial | 0,8980 – 0,9041 | 0,9006 ± 0,0017 | |
| | Kulit telur | 0,8955 – 0,9025 | 0,8984 ± 0,0020 | |

Pada Tabel IV.8 menunjukkan bahwa nilai densitas yang didapatkan pada percobaan yang kami lakukan sebagian sudah mencapai standard SNI. Daya yang digunakan ada 3 yaitu 150 W, 300 W, dan 450 W begitu juga dengan konsentrasi katalis yang dipakai antara 1% sampai 5% dengan waktu pemanasan selama 10 menit sampai 30 menit,. Transesterifikasi dengan menggunakan *microwave* dengan katalis basa heterogen ditunjukkan oleh Tabel IV.8, diperoleh densitas untuk katalis CaO komersial antara 0,8835 sampai 0,8948 dengan nilai rata-rata $0,8908 \pm 0,0030$, untuk katalis CaO kulit telur diperoleh nilai densitas antara 0,8884 sampai 0,8964 dengan nilai rata-rata $0,8906 \pm 0,0020$, untuk katalis CaCO₃ komersial antara 0,8980 sampai 0,9041 dengan nilai rata-rata $0,9006 \pm 0,0017$, untuk katalis CaCO₃ kulit telur antara 0,8955 sampai 0,9025 dengan nilai rata-rata $0,8984 \pm 0,0020$. Pada katalis CaO komersial, densitas terkecil sebesar 0,8835 untuk daya 150 W, konsentrasi katalis 3% dan waktu pemanasan selama 30 menit. Sedangkan densitas tertinggi sebesar 0,8948, dihasilkan pada daya 300 W, konsentrasi katalis 5%, dan waktu pemanasan selama 10 menit. Pada katalis CaO kulit telur, diperoleh densitas terkecil pada daya 150 W, konsentrasi katalis 5%, dengan waktu selama 20 menit sebesar 0,8884. Sedangkan densitas tertinggi diperoleh pada daya 150 W, konsentrasi katalis 1% dengan waktu pemanasan selama 20 menit sebesar 0,8964. Pada katalis CaCO₃ komersial, densitas terkecil dihasilkan pada daya 450 W, konsentrasi katalis 3%, dengan waktu pemanasan selama 30 menit sebesar 0,8980. Sedangkan densitas tertinggi dihasilkan pada daya 300 W, konsentrasi katalis 1% dengan waktu pemanasan selama 10 menit sebesar 0,9041. Pada katalis CaCO₃ kulit telur, densitas terkecil

dihasilkan pada daya 450 W, konsentrasi katalis 1%, dengan waktu pemanasan selama 20 menit sebesar 0,8955. Sedangkan densitas tertinggi dihasilkan pada daya 300 W, konsentrasi katalis 1% dengan waktu pemanasan selama 10 menit sebesar 0,9025. Untuk nilai densitas yang lainnya bisa dilihat pada Tabel B.4.5 s.d. B.4.6.

Dari penjelasan diatas, densitas yang sudah sesuai dengan standard densitas pada SNI 7182-2012 adalah nilai densitas yang diperoleh dengan katalis CaO baik yang komersial maupun yang dari kulit telur, sedangkan untuk katalis CaCO_3 nilai densitasnya belum ada yang sesuai standard SNI. Nilai massa jenis (densitas) ini dipengaruhi oleh proses pemurnian biodiesel, tidak murninya biodiesel karena masih mengandung pengotor sehingga menyebabkan nilai massa jenis (densitas) yang tinggi (Hadi dan Rizky, 2017).



Gambar IV.9 Pengaruh Waktu Pemanasan terhadap Densitas Biodiesel dengan Daya Optimal 300 Watt dan Konsentrasi Katalis 1%

Pada Gambar IV.9 mempresentasikan pengaruh waktu pemanasan terhadap densitas produk pada berbagai jenis katalis basa heterogen pada konsentrasi 1% dan daya 300 W. Daya 300 W dipilih karena merupakan daya terbaik dari ketiga variabel daya yang telah diujikan untuk semua katalis. Pada gambar diatas, menunjukkan nilai densitas yang didapatkan dari waktu 2 menit sampai 30 menit menunjukkan bahwa semakin lama waktu pemanasan, maka nilai densitas yang didapatkan semakin menurun. Pola penurunan yang terjadi pada katalis CaO komersial dengan CaO kulit telur menunjukkan pola yang hampir sama, begitu pula dengan katalis CaCO_3 , baik komersial maupun yang dari kulit telur. Transesterifikasi dengan katalis basa heterogen yang ditunjukkan oleh Gambar IV.9, diperoleh waktu optimal untuk masing-masing jenis katalis basa heterogen adalah 30 menit, pada katalis CaO komersial diperoleh densitas sebesar 0,8910 g/ml, pada CaO kulit telur diperoleh densitas sebesar 0,8891 g/ml, pada katalis CaCO_3 komersial diperoleh densitas sebesar 0,8985 g/ml, dan pada katalis CaCO_3 kulit telur diperoleh nilai densitas sebesar 0,8976 g/ml.

Dari Gambar IV.9, dapat dilihat juga bahwa jenis katalis basa yang digunakan dapat mempengaruhi nilai densitas produk yang dihasilkan. Namun dari keempat jenis katalis tersebut masih memberikan pola yang sama yakni dari 2 menit sampai 30 menit nilai densitasnya menurun. Densitas terendah didapatkan pada katalis CaO kulit telur yaitu 0,8891 g/ml dimana nilai ini sesuai dengan standard densitas pada SNI 7182-2012. Namun untuk jenis katalis yang lainnya, nilai yang didapatkan pada waktu 30 menit belum sesuai dengan standard SNI. Perbedaan nilai densitas biodiesel berkaitan dengan komposisi asam lemak dan tingkat kemurnian biodiesel (Mittelbach dan Remschmidt, 2004), yang menunjukkan reaksi transesterifikasi belum sempurna dan masih mengandung banyak trigliserida yang tidak ikut bereaksi. Peningkatan densitas juga menunjukkan penurunan panjang rantai karbon dan peningkatan ikatan rangkap.

Dari semua penjelasan diatas, maka dapat disimpulkan bahwa nilai densitas dipengaruhi oleh daya, konsentrasi katalis, jenis katalis dan waktu pemanasan. Tingginya nilai densitas dimungkinkan adanya zat pengotor seperti sabun dan gliserol hasil reksi penyabunan, asam-asam lemak yang tidak terkonversi menjadi metil ester (biodiesel), air, sisa katalis, ataupun sisa metanol yang menyebabkan densitas biodiesel menjadi lebih besar. Menurut Khaidir dkk. (2015) besar atau kecilnya nilai massa jenis biodiesel dipengaruhi derajat ketidak jenuhan dan berat molekul rata-rata asam lemak penyusun, karena asam-asam lemak merupakan komponen terbesar yang terdapat dalam minyak dan lemak. Berat jenis minyak atau lemak akan naik sebanding dengan kenaikan berat molekul asam-asam lemak penyusun dan berbanding terbalik dengan kenaikan derajat ketidak jenuhan asam-asam lemak penyusun. Faktor lain yang dapat menyebabkan besarnya nilai massa jenis dimungkinkan karena terdapat indikator zat -zat pengotor, seperti asam-asam lemak yang tidak terkonversi menjadi metil ester biodiesel, air ataupun sisa metanol dalam biodiesel. Menurut (Widyasanti, dkk, 2017), proses pemisahan biodiesel dengan gliserol yang tidak sempurna dapat menyisakan kandungan gliserol pada biodiesel yang dihasilkan. Dimana pada penelitian ini proses pemisahan biodiesel dilakukan secara manual menggunakan corong pisah.

IV.2.4.3 Analisis Viskositas Kinematik Produk Biodiesel

Minyak biji nyamplung mempunyai viskositas kinematik yang tinggi, yaitu sebesar 53,4 cSt. ((Ministry of Forestry of the Republic of Indonesia (The Forestry Research and Development Agency). 2008)). Dengan adanya proses transesterifikasi minyak biji nyamplung menjadi biodiesel, maka akan terjadi penurunan pada viskositas kinematiknya. Dimana sesuai SNI 7182-2012, standar viskositas pada biodiesel adalah 2,3 – 6,0 cSt. Pada penelitian ini dibutuhkan optimasi proses transesterifikasi untuk menentukan kondisi operasi yang terbaik ditinjau dari daya, konsentrasi katalis, dan waktu pemanasan.

Tabel IV.9 Viskositas Kinematik Biodiesel Menggunakan Katalis Basa Heterogen

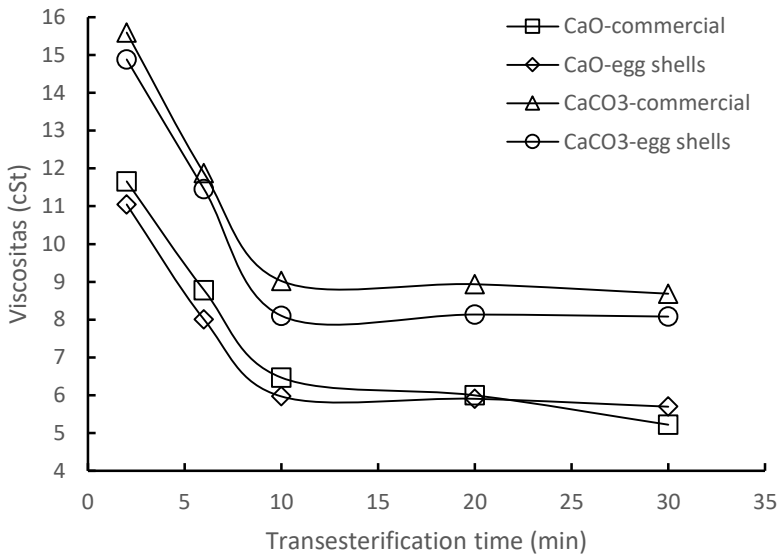
| Jenis Katalis | | Hasil Analisa pada 40 °C (cSt) | | Standard SNI |
|-------------------|-------------|--------------------------------|---------------------|------------------------------------|
| CaO | Komersial | 5,2240 – 11,2632 | $7,4978 \pm 1,7768$ | 2,3 – 6,0 cSt 2,3 – 6,0 cSt |
| | kulit telur | 5,7003 – 10,7844 | $7,4994 \pm 2,1879$ | |
| CaCO ₃ | komersial | 8,6867 – 12,1441 | $9,9524 \pm 1,3478$ | |
| | kulit telur | 8,0788 – 9,7932 | $8,4798 \pm 0,6462$ | |

Pada Tabel IV.9 menunjukkan bahwa nilai viskositas yang didapatkan pada percobaan yang kami lakukan sebagian sudah mencapai standard SNI. Daya yang digunakan ada 3 yaitu 150 W, 300 W, dan 450 W begitu juga dengan konsentrasi katalis yang dipakai antara 1% sampai 5% dengan waktu pemanasan selama 10 menit sampai 30 menit,. Transesterifikasi dengan menggunakan *microwave* dengan katalis basa heterogen ditunjukkan oleh Tabel IV.9, diperoleh viskositas untuk katalis CaO komersial antara 5,2240 sampai 11,2632 dengan nilai rata-rata $7,4978 \pm 1,7768$, untuk katalis CaO kulit telur diperoleh nilai viskositas antara 5,7003 sampai 10,7844 dengan nilai rata-rata $7,4994 \pm 2,1879$. Sedangkan untuk katalis CaCO₃ komersial antara 8,6867 sampai 12,1441 dengan nilai rata-rata $9,9524 \pm 1,3478$, untuk katalis CaCO₃ kulit telur antara 8,0788 sampai 9,7932 dengan nilai rata-rata $8,4798 \pm 0,6462$. Pada katalis CaO komersial, viskositas terkecil sebesar 5,2240 untuk daya 300 W, konsentrasi katalis 1% dan waktu pemanasan selama 30 menit. Sedangkan viskositas tertinggi sebesar 11,2632, dihasilkan pada daya 150 W, konsentrasi katalis 3%, dan waktu pemanasan selama 10 menit. Pada katalis CaO kulit telur, diperoleh viskositas terkecil

pada daya 300 W, konsentrasi katalis 1%, dengan waktu selama 30 menit sebesar 5,7003. Sedangkan viskositas tertinggi diperoleh pada daya 150 W, konsentrasi katalis 5% dengan waktu pemanasan selama 20 menit sebesar 10,7844. Sedangkan pada katalis CaCO_3 komersial, viskositas terkecil dihasilkan pada daya 300 W, konsentrasi katalis 1%, dengan waktu pemanasan selama 30 menit sebesar 8,6867. Sedangkan viskositas tertinggi dihasilkan pada daya 150 W, konsentrasi katalis 1% dengan waktu pemanasan selama 20 menit sebesar 12,1441. Pada katalis CaCO_3 kulit telur, viskositas terkecil dihasilkan pada daya 300 W, konsentrasi katalis 1%, dengan waktu pemanasan selama 30 menit sebesar 8,0788. Sedangkan viskositas tertinggi dihasilkan pada daya 450 W, konsentrasi katalis 4% dengan waktu pemanasan selama 10 menit sebesar 9,7932. Dari data yang diperoleh terdapat hubungan daya terhadap nilai viskositas, yaitu nilai viskositas dari daya 150 W ke 300 W mengalami penurunan nilai viskositas, namun dari daya 300 W ke 450 W nilai viskositas justru cenderung meningkat bahkan nilai viskositasnya tidak memnuhi stadard SNI (lebih dari 6 cSt). Oleh karena itu, semakin tinggi daya yang digunakan maka nilai viskositasnya semakin kecil, namun apabila terlalu tinggi daya yang digunakan justru akan meningkatkan nilai viskositasnya. Penelitian yang dilakukan oleh Sudrajat, dkk (2010) menunjukkan bahwa suhu optimum untuk proses transesterifikasi dengan katalis basa adalah 60°C , hal ini karena reaktan berupa metanol yang memiliki titik didih $64,7^{\circ}\text{C}$ dan pada tekanan atmosferik, sehingga pada daya tinggi (450 W) waktu kontak antara metanol dan minyak nyamplung menjadi lebih sedikit yang dikarenakan metanol lebih sering menguap di kondensor refluks. Menurut Marnoto dan Endang (2010) tentang biodiesel dari minyak nyamplung dengan katalis kapur tohor dan spiritus memilih suhu 60°C sebagai kondisi operasinya. Sebagaimana dalam beberapa penelitian yang sudah ada, pada katalis basa, suhu yang terlalu tinggi justru akan menurunkan *yield* biodiesel karena adanya reaksi samping yang tidak diharapkan (reaksi saponifikasi). Dengan demikian, adanya peningkatan daya akan memberikan efek thermal yang besar yang

ditandai dengan adanya kenaikan suhu dan penurunan viskositas produk biodiesel yang dihasilkan. (Quitain et al, 2011).

Selain daya, viskositas juga dipengaruhi oleh konsentrasi dari katalis yang digunakan. Dari penjelasan diatas bahwa konsentrasi katalis 1% (w/w) pada daya 300 W dan waktu pemanasan selama 30 menit yang mempunyai nilai viskositas terendah yaitu 5,2240 cSt (CaO komersial), 5,7003 cSt (CaO kulit telur), 8,6867 cSt (CaCO₃ komersial), 8,0788 cSt (CaCO₃ kulit telur), dan konsentrasi katalis lebih dari 2% (w/w) justru meningkatkan viskositas. Hal ini menjelaskan bahwa konsentrasi katalis semakin tinggi belum tentu akan menghasilkan biodiesel dengan kualitas yang lebih baik. Menurut penelitian Sudrajat, dkk (2010) tentang pembuatan biodiesel dari minyak nyamplung menggunakan katalis NaOH dengan konsentrasi terbaik adalah 1% (w/w) dan penambahan konsentrasi katalis terjadi penurunan kualitas walau tidak signifikan. Sedangkan hasil penelitian dari Silitonga, dkk (2013) menjelaskan bahwa penggunaan katalis basa yang lebih tinggi justru akan menyebabkan terjadinya reaksi penyabunan (saponifikasi) sehingga menyebabkan konversi minyak menjadi biodiesel menurun yang ditandai dengan meningkatnya nilai viskositas. Penggunaan katalis basa yang berlebih juga akan terikut pada lapisan organik, sehingga asam lemak bebas yang terkandung dalam bahan baku akan bereaksi dengan katalis basa berlebih yang dapat meningkatkan viskositas dari biodiesel sehingga terbentuk lebih banyak gel, dimana metil ester terlarut dalam gliserol sehingga menyebabkan *yield* metil ester menjadi berkurang (Chen, K.S., dkk, 2012).



Gambar IV.10 Pengaruh Waktu Pemanasan terhadap Viskositas Biodiesel dengan Daya Optimal 300 Watt dan Konsentrasi Katalis 1%

Pada Gambar IV.10 menunjukkan bahwa semakin lama waktu pemanasan pada proses transesterifikasi, maka nilai viskositas yang didapatkan semakin kecil. Daya 300 W dipilih karena merupakan daya terbaik dari ketiga variabel daya yang telah diujikan. Sedangkan konsentrasi katalis terbaik pada konsentrasi 1% untuk semua katalis dibandingkan konsentrasi katalis yang lain. Dari Gambar IV.10 diatas, diperoleh penurunan nilai viskositas dari waktu pemanasan 2 menit sampai 6 menit antara lain, pada katalis CaO komersial sebesar 24,65% (dari 11,6524 ke 8,7803), pada katalis CaO kulit telur sebesar 27,54% (dari 11,0475 ke 8,0049), pada katalis CaCO₃ komersial sebesar 23,84% (dari 15,5886 ke 11,8721), pada katalis CaCO₃ kulit telur sebesar 23,07% (dari 14,8842 ke 11,4504). Untuk waktu pemanasan dari 6 menit sampai 10 menit sebagai berikut, pada katalis CaO komersial

sebesar 26,34% (dari 8,7803 ke 6,4679), pada katalis CaO kulit telur sebesar 25,40% (dari 8,0049 ke 6,4679), pada katalis CaCO₃ komersial sebesar 24,01% (dari 11,8721 ke 9,0212), pada katalis CaCO₃ kulit telur sebesar 29,26% (dari 11,4504 ke 8,1000). Pada waktu pemanasan 10 sampai 20 menit antara lain, pada katalis CaO sebesar 7,24% (dari 6,4679 ke 5,9994), pada katalis CaO kulit telur sebesar 1,04% (dari 5,9713 ke 5,9094), pada katalis CaCO₃ komersial sebesar 0,93% (dari 9,0212 ke 8,937), sedangkan pada katalis CaCO₃ kulit telur mengalami kenaikan sebesar 0,41% (dari 8,1000 ke 8,1335). Begitu pula dari 20 menit sampai 30 menit mengalami penurunan nilai viskositas, yaitu pada katalis CaO sebesar 12,92% (dari 5,9994 ke 5,2240), pada katalis CaO kulit telur sebesar 3,53% (dari 5,9094 ke 5,7003), pada katalis CaCO₃ komersial sebesar 2,8% (dari 8,937 ke 8,6867), dan pada katalis CaCO₃ kulit telur sebesar 0,67% (dari 8,1335 ke 8,0788). Hal ini sesuai dengan penelitian yang dilakukan oleh Yati, dkk (2016) yang menunjukkan kecenderungan bahwa semakin lama reaksi, viskositas biodiesel yang dihasilkan semakin turun. Hal tersebut mengindikasikan pengkonversian minyak goreng bekas menjadi biodiesel semakin meningkat. Nilai viskositas yang diperoleh sebesar 5,28 cSt. Begitu pula dengan penelitian yang dilakukan oleh Hadi dan Rizky (2017) tentang transesterifikasi minyak nyamplung dengan katalis NaOH dan CaO menggunakan *microwave* didapatkan bahwa waktu pemanasan mempengaruhi kualitas biodiesel yang dihasilkan.

Transesterifikasi dengan berbagai katalis basa heterogen yang ditunjukkan oleh gambar IV.10, diperoleh waktu optimal untuk masing-masing jenis katalis adalah 30 menit, yaitu pada katalis CaO komersial diperoleh viskositas sebesar 5,2240 cSt, pada katalis CaO kulit telur diperoleh viskositas sebesar 5,7003 cSt, pada katalis CaCO₃ komersial diperoleh viskositas sebesar 8,6867 cSt, dan pada katalis CaCO₃ kulit telur diperoleh viskositas sebesar 8,0788 cSt, dimana nilai viskositas dari katalis CaO ini sesuai dengan standard viskositas pada SNI, namun viskositas dari katalis CaCO₃ masih di atas dari standard SNI 7182-2012. Nilai

ini didapatkan pada waktu 30 menit dengan variable konsentrasi 1% dan daya 300 Watt. Hal ini menunjukkan bahwa lama waktu reaksi yang digunakan berbanding lurus dengan penurunan viskositas produk biodiesel yang dihasilkan. (Evangelista et al, 2012). Untuk nilai viskositas lainnya dapat dilihat pada Tabel B.4.7.

Dari pembahasan di atas terlihat bahwa waktu pemanasan, dan daya memberikan pengaruh yang besar terhadap viskositas yang dihasilkan. Nilai viskositas yang didapatkan beberapa sudah sesuai standard SNI untuk katalis CaO, namun untuk katalis CaCO₃ masih melebihi batas atas SNI. Perbedaan viskositas pada biodiesel yang dihasilkan disebabkan oleh beberapa impuritis yang masih terkandung dalam biodiesel berupa sisa-sisa reaktan yang tidak bereaksi, atau sisa katalis. Selain itu hal ini juga bisa disebabkan pemisahan yang kurang efektif dan kurang sempurna. Untuk mengatasi hal itu bisa dilakukan alternatif cara pemisahan yang lain seperti cara sentrifugasi (Suppes, dkk, 2001). Viskositas kinematik merupakan pengukuran terhadap gaya gesek atau hambatan dari laju alir suatu cairan pada suhu tertentu. Semakin rendah viskositas maka biodiesel tersebut semakin mudah untuk dipompa dan menghasilkan pola semprotan yang lebih baik (Islam et al., 2004). Pentingnya nilai viskositas biodiesel ini karena dapat mempengaruhi kinerja dari mesin dan karakter emisinya. Semakin tinggi nilai viskositas menyebabkan meningkatnya kebutuhan energi yang dibutuhkan untuk memompa dan menginjeksi bahan bakar. (Tesfa et al, 2010)

IV.2.5 Karakteristik Kualitas Produk Biodiesel

Pada tabel IV.10 menunjukkan karakteristik kualitas sampel produk biodiesel pada daya 300 W, konsentrasi katalis 1%, dan waktu pemanasan selama 10 menit dengan menggunakan katalis basa heterogen (CaO dan CaCO₃). Pada tabel tersebut menunjukkan bahwa hasil produk biodiesel yang dihasilkan sebagian telah memenuhi kualitas SNI 7128:2012.

Tabel IV.10 Karakteristik Kualitas Biodiesel Menggunakan Katalis Basa Heterogen

| Pengujian | | Densitas pada 40°C (gr/cm ³) | Viskositas Kinematik pada 40°C (cSt) |
|-----------------------------------|-------------|--|--------------------------------------|
| SNI 7128:2012 | | 0,850 – 0,890 | 2,3 – 6,0 |
| Hasil Pengujian CaO | Komersial | 0,8911 | 6,4679 |
| | Kulit telur | 0,8895 | 5,9713 |
| Hasil Pengujian CaCO ₃ | Komersial | 0,9021 | 9,0212 |
| | Kulit telur | 0,9025 | 8,1000 |
| Metode Uji | | ASTM D-1298 : 8,60 – 8,90 | ASTM D445 : 1,9 – 6,0 |

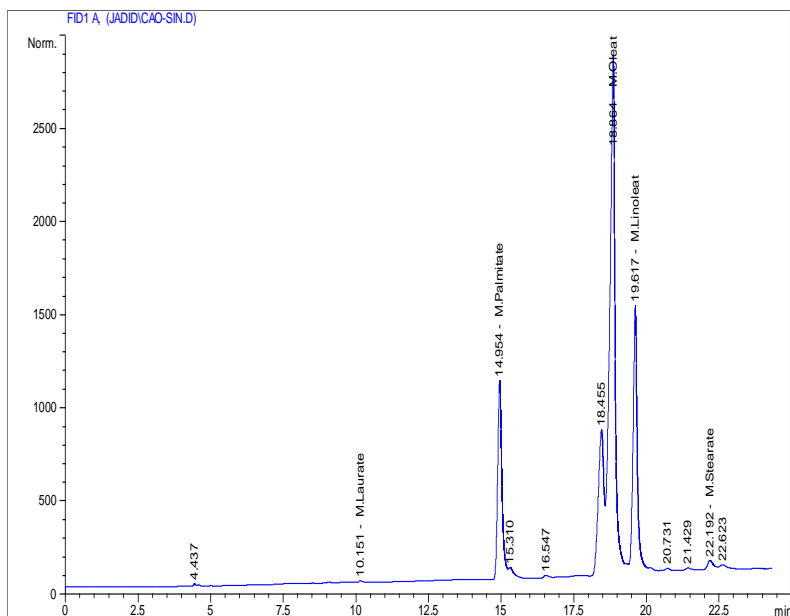
IV.2.6 Analisis *Gas Chromatography* (GC) pada Produk Biodiesel

Komposisi metil ester (FAME) dapat ditentukan dengan berbagai metode. Metode yang paling banyak digunakan adalah menggunakan analisis *Gas Chromatography* (GC). Pada penelitian ini dilakukan analisis *Gas Chromatography* (GC) untuk mengetahui komponen-komponen metil ester yang terdapat dalam produk biodiesel dari minyak biji nyamplung dengan menggunakan *microwave* dengan berbagai katalis basa heterogen. Dengan mengetahui komponen-komponen metil ester, maka akan diperoleh komposisi komponen metil ester relatif terhadap total metil ester. Komposisi metil ester yang didapatkan dari hasil uji GC ini, tidak digunakan untuk menghitung *yield* biodiesel dikarenakan GC ini hanya mendeteksi keberadaan senyawa metil ester saja, tidak mendeteksi komponen-komponen lain yang

mungkin terdapat pada produk penelitian kami, sehingga kami tidak mengetahui kemurnian dari produk yang dihasilkan. Kami melakukan analisa GC dengan alat kromatografi yang terdapat di jurusan Teknik Kimia Universitas Surabaya (UBAYA).

IV.2.6.1 Hasil Kromatogram Metil Ester dari Minyak Biji Nyamplung dengan Katalis CaO Komersial

Analisis *Gas Chromatography* (GC) bertujuan untuk mengetahui komponen asam lemak yang terbentuk menjadi *Fatty Acid Methyl Ester* (FAME).



Gambar IV.11 Hasil Analisis GC pada Katalis CaO Komersial 1% dengan Daya 300 Watt dan Waktu 10 Menit

Tabel IV.11 Komposisi Analisis GC Metil Ester dari Minyak Biji Nyamplung dengan Katalis CaO Komersial

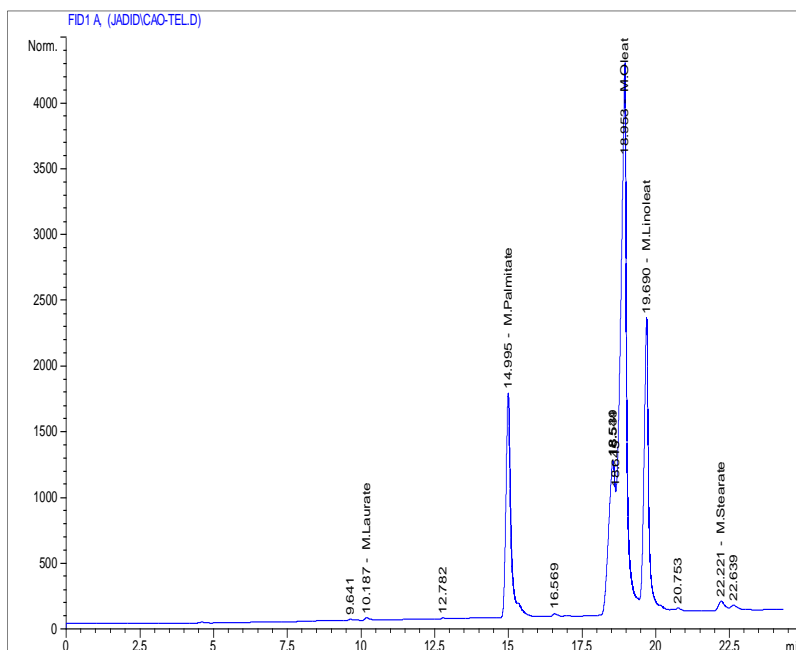
| No | Compound Name | RetTime (min) | Area (pA*s) | Komposisi relatif (%) |
|--------------|------------------|---------------|-------------------|-----------------------|
| 1 | Methyl Laurate | 10,151 | 39,79360 | 0,0679 |
| 2 | Methyl Palmitate | 14,954 | 10046,3 | 17,1383 |
| 3 | Methyl Oleate | 18,864 | 34622,3 | 59,0634 |
| 4 | Methyl Linoleate | 19,617 | 13257,8 | 22,6169 |
| 5 | Methyl Stearate | 22,192 | 652,70184 | 1,1135 |
| TOTAL | | | 58618,8954 | 100 |

Pada Gambar IV.11, menampilkan hasil kromatogram produk biodiesel hasil sintesis dengan katalis CaO komersial pada daya 300 W dengan konsentrasi katalis 1% (w/w) dengan waktu pemanasan selama 10 menit. Hasil pembacaan kromatogram, kami sajikan dalam Tabel IV.11. Berdasarkan Gambar IV.11, diketahui bahwa komponen minyak biji nyamplung yang terkonversi menjadi metil ester yang berhasil dideteksi antara lain metil laurat, metil palmitat, metil oleat, metil linoleat dan metil stearat. Kelima senyawa tersebut termasuk dalam kelompok *FAME (Fatty Acid Methyl Esters)* atau metil ester asam lemak. Senyawa metil laurat muncul pada menit ke-10,151, metil palmitat muncul pada menit ke-14,954, metil oleat muncul pada menit ke-18,864, metil linoleat muncul pada menit ke-19,617, dan metil stearat muncul pada menit ke-22,192. Sedangkan dari Tabel IV.11, persentase komposisi relatif didapatkan dari perbandingan area untuk masing-masing komponen terhadap total area metil ester asam lemak. Kami menggunakan komposisi relatif karena kami menghitung komposisi setiap komponen relatif terhadap terhadap total senyawa metil ester asam lemak saja. Dari perhitungan persentase komposisi relatif yang disajikan pada Tabel IV.11, didapatkan komposisi relatif untuk Metil Laurat sebesar 0,0679%, Metil

Palmitat sebesar 17,1383%, Metil Oleat sebesar 59,0634%, Metil Linoleat sebesar 22,6169%, dan untuk Metil Stearat sebesar 1,1135%. Hasil yang diperoleh ini sesuai dengan komposisi asam lemak minyak biji nyamplung yang menyebutkan bahwa asam lemak yang dominan dalam minyak biji nyamplung tersebut adalah Asam Oleat (37,57%), Asam Linoleat (26,33%), Asam Stearat (19,96%), dan Asam Palmitat (14,60%).

IV.2.6.2 Hasil Kromatogram Metil Ester dari Minyak Biji Nyamplung dengan Katalis CaO Kulit Telur

Analisis Gas Chromatography (GC) bertujuan untuk mengetahui komponen asam lemak yang terbentuk menjadi Fatty Acid Methyl Ester (FAME).



Gambar IV.12 Hasil Analisis GC pada Katalis CaO Kulit Telur 1% dengan Daya 300 Watt dan Waktu 10 Menit

Tabel IV.12 Komposisi Analisis GC Metil Ester dari Biji Nyamplung dengan Katalis CaO Kulit Telur

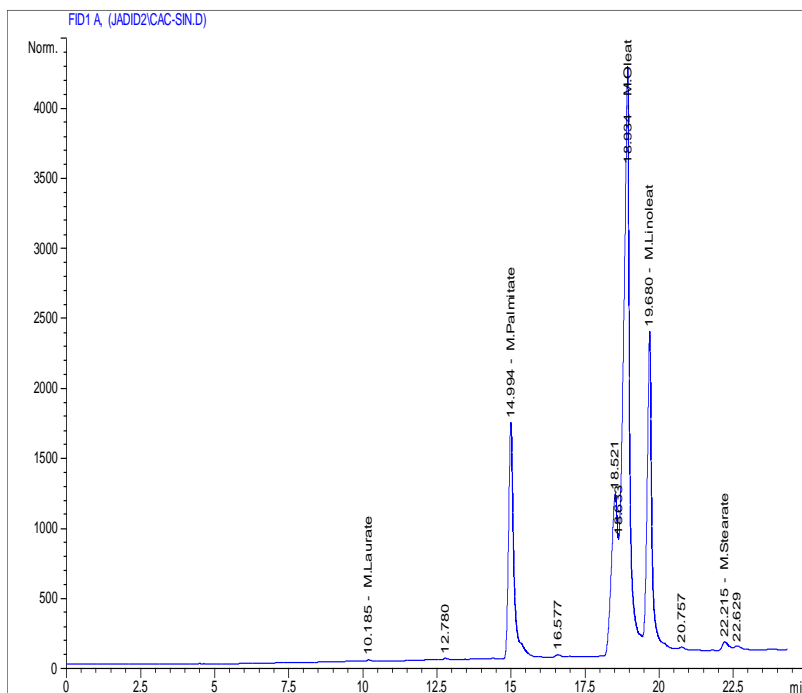
| No | Compound Name | RetTime (min) | Area (pA*s) | Komposisi relatif (%) |
|--------------|------------------|---------------|--------------------|-----------------------|
| 1 | Methyl Laurate | 10,187 | 153,99326 | 0,1508 |
| 2 | Methyl Palmitate | 14,995 | 17358,7 | 17,0031 |
| 3 | Methyl Oleate | 18,953 | 61039,4 | 59,7891 |
| 4 | Methyl Linoleate | 19,690 | 22573,0 | 22,1106 |
| 5 | Methyl Stearate | 22,221 | 966,1261 | 0,9463 |
| TOTAL | | | 102091,2194 | 100 |

Pada Gambar IV.12 menampilkan hasil kromatogram produk biodiesel hasil sintesis dengan katalis CaO kulit telur pada daya 300 W dengan konsentrasi katalis 1% (w/w) dengan waktu pemanasan selama 10 menit. Berdasarkan Gambar IV.12, diketahui bahwa komponen minyak biji nyamplung yang terkonversi menjadi metil ester yang berhasil dideteksi antara lain metil laurat, metil palmitat, metil oleat, metil linoleat dan metil stearat. Kelima senyawa tersebut termasuk dalam kelompok *FAME* (*Fatty Acid Methyl Esters*) atau metil ester asam lemak. Senyawa metil laurat muncul pada menit ke-10,187, metil palmitat muncul pada menit ke-14,995, metil oleat muncul pada menit ke-18,953, metil linoleat muncul pada menit ke-19,690, dan metil stearat muncul pada menit ke-22,221. Dari perhitungan persen komposisi relatif yang disajikan pada Tabel IV.12, didapatkan persentase komposisi relatif untuk Metil Laurat sebesar 0,1508%, Metil Palmitat sebesar 17,0031%, Metil Oleat sebesar 59,7891%, Metil Linoleat sebesar 22,1106%, dan untuk Metil Stearat sebesar 0,9463%. Hasil yang diperoleh ini sesuai dengan komposisi asam lemak minyak biji nyamplung yang menyebutkan bahwa asam lemak yang dominan dalam minyak biji nyamplung antara lain

Asam Oleat (37,57%), Asam Linoleat (26,33%), Asam Stearat (19,96%), dan Asam Palmitat (14,60%).

IV.2.6.3 Hasil Kromatogram Metil Ester dari Minyak Biji Nyamplung dengan Katalis CaCO_3 Komersial

Analisis *Gas Chromatography* (GC) bertujuan untuk mengetahui komponen asam lemak yang terbentuk menjadi *Fatty Acid Methyl Ester* (FAME).



Gambar IV.13 Hasil Analisis GC pada Katalis CaCO_3 Komersial 1% dengan Daya 300 Watt dan Waktu 10 Menit

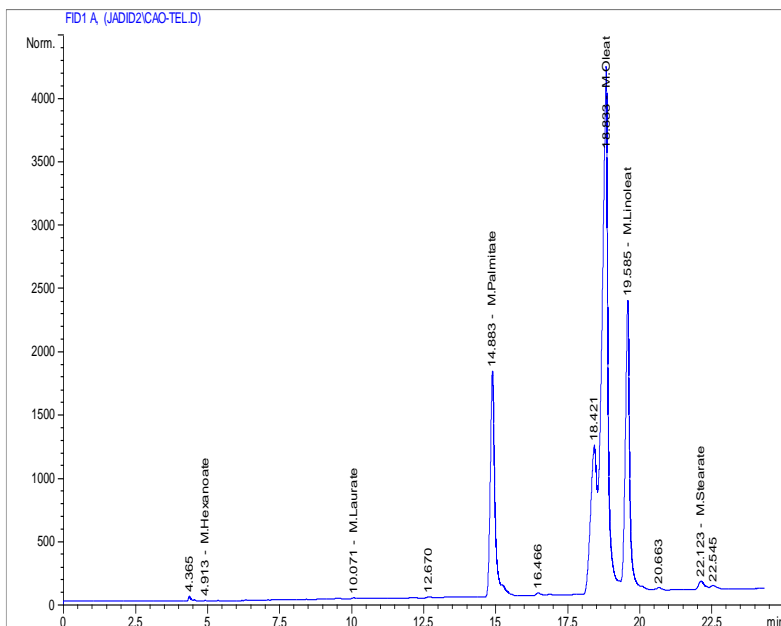
Tabel IV.13 Komposisi Analisis GC Metil Ester dari Minyak Biji Nyamplung dengan Katalis CaCO_3 Komersial

| No. | Compound Name | RefTime (min) | Area (pA*s) | Komposisi relatif (%) |
|--------------|------------------|---------------|--------------------|-----------------------|
| 1 | Methyl Laurate | 10,185 | 50,84922 | 0,0483 |
| 2 | Methyl Palmitate | 14,994 | 20478,5 | 19,4538 |
| 3 | Methyl Oleate | 18,934 | 60588,8 | 57,5571 |
| 4 | Methyl Linoleate | 19,680 | 23294,3 | 22,1287 |
| 5 | Methyl Stearate | 22,215 | 854,8515 | 0,8121 |
| TOTAL | | | 105267,3007 | 100 |

Pada Gambar IV.13 menampilkan hasil kromatogram produk biodiesel hasil sintesis dengan katalis CaCO_3 komersial pada daya 300 W dengan konsentrasi katalis 1% (w/w) dengan waktu pemanasan selama 10 menit. Berdasarkan Gambar IV.13 tersebut, diketahui bahwa metil ester yang berhasil dideteksi antara lain metil laurat, metil palmitat, metil oleat, metil linoleat dan metil stearat. Kelima senyawa tersebut termasuk dalam kelompok *FAME* (*Fatty Acid Methyl Esters*) atau metil ester asam lemak. Senyawa metil laurat muncul pada menit ke-10,185, metil palmitat muncul pada menit ke-14,994, metil oleat muncul pada menit ke-18,934, metil linoleat muncul pada menit ke-19,680, dan metil stearat muncul pada menit ke-22,215. Dari perhitungan persentase komposisi relatif yang disajikan pada Tabel IV.12, didapatkan persen komposisi relatif untuk Metil Laurat sebesar 0,0483%, Metil Palmitat sebesar 19,4538%, Metil Oleat sebesar 57,5571%, Metil Linoleat sebesar 22,1287%, dan untuk Metil Stearat sebesar 0,8121%. Hasil yang diperoleh ini sesuai dengan komposisi asam lemak minyak biji nyamplung yang menyebutkan bahwa asam lemak yang dominan dalam minyak biji nyamplung antara lain Asam Oleat (37,57%), Asam Linoleat (26,33%), Asam Stearat (19,96%), dan Asam Palmitat (14,60%).

IV.2.6.4 Hasil Kromatogram Metil Ester dari Minyak Biji Nyamplung dengan Katalis CaCO_3 Kulit Telur

Analisis Gas Chromatography (GC) bertujuan untuk mengetahui komponen asam lemak yang terbentuk menjadi Fatty Acid Methyl Ester (FAME).



Gambar IV.14 Hasil Analisis GC pada Katalis CaCO_3 Kulit Telur 1% dengan Daya 300 Watt dan Waktu 10 Menit

Tabel IV.14 Komposisi Analisis GC Metil Ester dari Biji Nyamplung dengan Katalis CaCO_3 Kulit Telur

| No | Compound Name | RetTime (min) | Area (pA*s) | Komposisi relatif (%) |
|----|------------------|------------------|----------------|-----------------------------|
| 1 | Methyl Hexanoate | 4,913 | 16,11722 | 0,0167 |

| | | | | |
|--------------|------------------|--------|-----------------|------------|
| 2 | Methyl Laurate | 10,071 | 44,71860 | 0,0463 |
| 3 | Methyl Palmitate | 14,883 | 17727,2 | 18,3351 |
| 4 | Methyl Oleate | 18,833 | 56202,5 | 58,1299 |
| 5 | Methyl Linoleate | 19,585 | 21787,1 | 22,5343 |
| 6 | Methyl Stearate | 22,123 | 906,6405 | 0,9377 |
| TOTAL | | | 96684,28 | 100 |

Pada Gambar IV.14 menampilkan hasil kromatogram produk biodiesel hasil sintesis dengan katalis CaCO_3 kulit telur pada daya 300 W dengan konsentrasi katalis 1% (w/w) dengan waktu pemanasan selama 10 menit. Berdasarkan Gambar IV.14 tersebut, diketahui bahwa metil ester yang berhasil dideteksi antara lain metil hexanoat, metil laurat, metil palmitat, metil oleat, metil linoleat dan metil stearat. Keenam senyawa tersebut termasuk dalam kelompok *FAME (Fatty Acid Methyl Esters)* atau metil ester asam lemak. Senyawa metil hexanoat muncul pada menit ke-4,913, metil laurat muncul pada menit ke-10,071, metil palmitat muncul pada menit ke-14,883, metil oleat muncul pada menit ke-18,833, metil linoleat muncul pada menit ke-19,585, dan metil stearat muncul pada menit ke-22,123. Dari perhitungan persentase komposisi relatif yang disajikan pada Tabel IV.14, didapatkan persentase komposisi relatif untuk Metil Hexanoat sebesar 0,0167%, Metil Laurat sebesar 0,0463%, Metil Palmitat sebesar 18,3351%, Metil Oleat sebesar 58,1299%, Metil Linoleat sebesar 22,5343%, dan untuk Metil Stearat sebesar 0,9377%. Hasil yang diperoleh ini sesuai dengan komposisi asam lemak minyak biji nyamplung yang menyebutkan bahwa asam lemak yang dominan dalam minyak biji nyamplung antara lain Asam Oleat (37,57%), Asam Linoleat (26,33%), Asam Stearat (19,96%), dan Asam Palmitat (14,60%).

Berdasarkan penjelasan diatas, maka dapat disimpulkan bahwa semua katalis menghasilkan metil yang sama dengan komposisi yang hampir sama. Jika dilihat dari dua komposisi terbanyak, maka komponen metil oleat dan metil linoleat yang

terbanyak terkonversinya. Sehingga jika dihubungkan dengan jenis asam lemaknya, maka asam lemak tak jenuh yang lebih banyak dikonversikan dari pada asam lemak jenuh. Namun apabila ditinjau dari dua komponen utama asam lemak yang terkandung dalam minyak nyamplung yaitu Asam Oleat (37,57%) dan Asam Linoleat (26,33%), maka diperoleh nilai metil ester tertinggi pada katalis CaO kulit telur sebanyak 81,8997%, katalis CaO komersial sebanyak 81,6803%, katalis CaCO_3 kulit telur sebanyak 80,6642%, dan katalis CaCO_3 komersial sebanyak 79,6858%. Oleh karena itu, dapat dikatakan bahwa CaO kulit telur lebih baik dari pada CaO komersial, dan katalis CaCO_3 kulit telur lebih baik dari pada katalis CaCO_3 komersial. Dengan diketahuinya komponen metil ester pada sampel yang telah diujikan dengan GC maka proses pembuatan biodiesel dari minyak biji nyamplung dengan menggunakan bantuan gelombang mikro (*microwave*) dengan katalis basa heterogen dapat dilakukan.

Halaman ini sengaja dikosongkan

BAB V

KESIMPULAN

V.1 Kesimpulan

Berdasarkan hasil penelitian dan pembahasan yang telah dilakukan, maka kesimpulan pada penelitian ini antara lain:

1. Pembuatan biodiesel dari minyak nyamplung menggunakan katalis basa heterogen yang meliputi CaO komersial, CaO kulit telur, CaCO_3 komersial, dan CaCO_3 kulit telur dapat dilakukan dengan bantuan radiasi gelombang mikro (*microwave*).
2. Konsentrasi dan jenis katalis berpengaruh terhadap *yield* biodiesel. Untuk katalis CaO kulit telur dan CaCO_3 komersial, *yield* biodiesel mengalami kenaikan dengan bertambahnya konsentrasi katalis, dengan *yield* terbesar pada konsentrasi 3%, yaitu 79,89% (CaO kulit telur) dan 57,44% (CaCO_3 komersial), kemudian mengalami penurunan *yield* biodiesel dengan bertambahnya konsentrasi katalis (konsentrasi katalis > 3%). Untuk katalis CaO komersial dan CaCO_3 kulit telur, *yield* biodiesel semakin menurun dengan kenaikan konsentrasi katalis. *Yield* terbesar didapat pada konsentrasi katalis 1%, yaitu 71,07% (CaO komersial) dan 65,36% (CaCO_3 kulit telur).
3. Daya *microwave* mempengaruhi *yield* biodiesel. Untuk katalis CaO kulit telur, CaO komersial, dan CaCO_3 kulit telur, *yield* terbesar didapatkan pada daya 300 W, yaitu 71,07% (CaO komersial), 78,92% (CaO kulit telur), dan 65,36% (CaCO_3 kulit telur). Diatas daya 300 W, *yield* biodiesel mengalami penurunan. Untuk katalis CaCO_3 komersial, *yield* biodiesel terbesar pada daya 150 W yaitu 54,76%. Diatas daya tersebut, *yield* biodiesel mengalami penurunan.
4. Waktu radiasi *microwave* mempengaruhi *yield* biodiesel. *Yield* biodiesel mengalami kenaikan dengan meningkatnya waktu radiasi hingga menit ke-10 dengan nilai *yield* sebesar 71,07% (CaO komersial), 78,92% (CaO kulit telur), 53,89% (CaCO_3 komersial) dan 65,36% (CaCO_3 kulit telur). Kemudian *yield* biodiesel tidak mengalami perubahan drastis untuk katalis

CaCO₃ komersial dan CaO kulit telur. Namun untuk katalis CaO komersial mengalami penurunan *yield* sebesar 4,66% pada menit ke-30 dan untuk katalis CaCO₃ kulit telur mengalami kenaikan *yield* sebesar 0,41%.

5. Konsentrasi katalis, jenis katalis, daya radiasi *microwave* dan waktu radiasi *microwave* mempengaruhi densitas biodiesel yang dihasilkan. Nilai densitas biodiesel pada daya 300 W dengan waktu pemanasan selama 10 menit dan konsentrasi 1% adalah 0,8911 g/ml (CaO komersial), 0,8895 g/ml (CaO kulit telur), 0,9021 g/ml (CaCO₃ komersial), dan 0,9025 g/ml (CaCO₃ kulit telur). Nilai densitas yang sesuai standard SNI hanya pada katalis CaO kulit telur.
6. Konsentrasi katalis, jenis katalis, daya radiasi *microwave* dan waktu radiasi *microwave* mempengaruhi viskositas biodiesel yang dihasilkan. Viskositas biodiesel untuk semua katalis mengalami penurunan dengan meningkatnya daya dan waktu radiasi *microwave*. Namun diatas daya 300 W, viskositas biodiesel menjadi meningkat. Nilai viskositas biodiesel pada daya 300 W dengan waktu pemanasan selama 30 menit dan konsentrasi 1% adalah 6,4679 cSt (CaO komersial), 5,9713 cSt (CaO kulit telur), 9,0212 cSt (CaCO₃ komersial), dan 8,1000 cSt (CaCO₃ kulit telur).

V. 2. Saran

1. Penelitian mengenai kondisi operasi optimal yang dapat mencapai *yield* > 90% dengan menggunakan katalis CaO kulit telur, CaO komersial, CaCO₃ kulit telur, dan CaCO₃ komersial.
2. Penelitian lebih lanjut tentang pembuatan biodiesel dari biji nyamplung menggunakan katalis CaO kulit telur, CaO komersial, CaCO₃ kulit telur, dan CaCO₃ komersial dengan konsentrasi, serta waktu yang lebih singkat.
3. Melakukan penelitian dalam jumlah skala yang lebih besar terhadap pembuatan biodiesel dari biji nyamplung

sehingga sampai pada tahap komersialisasi produk yang dapat membantu pemerintah dalam upaya mencapai ketahanan energi nasional serta membantu pemanfaatan sumber daya yang bersumber dari kekayaan bahari.

Halaman ini sengaja dikosongkan

DAFTAR PUSTAKA

- Aris Setyadi, Ivan Kristianto, dan Herry Santoso. 2013. *“Pembuatan Biodiesel Menggunakan Katalis Basa Heterogen Berbahan Dasar Kulit Telur”*. Lembaga Penelitian dan Pengabdian kepada Masyarakat. Universitas Katolik Prahayangan.
- Asri, N.P., Podjojono B., Fujiani R., dan Nuraini. 2017. *Utilization of eggshell waste as low-cost solid base catalyst for biodiesel production from used cooking oil. Earth and Environmental Science*, volume 67
- Atabani, A.E., Silitonga, T.M.I., Mahlia, H.H., Masjuki, dan I.A. Badrudin. 2011. *“Calophyllum inophyllum L. As a Potential Feedstock for Biodiesel Production”*. Department of Mechanical Engineering. Kuala Lumpur: University of Malaya.
- Atadashi, I.M., Aroua, M.K., Aziz, A.R.A., Sulaiman, N.M.N. 2013. *“The Effects of Catalysts in Biodiesel Production”*. A review: Journal of Industrial and Engineering Chemistry, Vol. 19, hal. 14-26.
- Balitbang Kehutanan. 2008. *“Nyamplung Clophyllum inophyllum L. Sumber energi Biofuel yang potensial Pusat Litbang Hutan Tanaman”*. Badan Litbang Kehutanan. Departemen Kehutanan. Bogor hlm. 33-38.
- Basumatary, S. 2013. *“A Review Transesterification with Heterogeneous Catalyst in Production of Biodiesel”*. Journal of Chemical and Pharnaceutical Research, Vol. 5, hal. 1-7.
- Biro Riset BUMN LM FEB UI. 2014. *“Analisis Tantangan Migas Indonesia; Penguatan BUMN Migas”*. Hlm 1
- British Petroleum Company. 2017. *BP statistical review of world energy*. London: British Petroleum Co. *catalysts. Energy Fuel* 23, 548–552.

- Chen, K.S., Lin, Y.C., Hsu, K.H., Wang, H.K. 2012. “*Improving Biodiesel Yields from Waste Cooking Oil by Using Sodium Methoxide and a Microwave Heating System*”. Journal Energy, Vol. 38, hal 151-156.
- Cho, Y.B. & Seo, G. 2010. *High Activity of Acid-Treated Quail Eggshell Catalysts in The Transesterification of Palm Oil With Methanol*. Bioresource Technology, 101(22), 8515-8519
- Crane S, Aurore G., Joseph H., Mouloungui Z., Bourgeois P. 2005. “*Composition of Fatty acids triacylglycerols and unsaponifiable matter in Calophyllum calaba L. Oil from Guadeloupe*”.
- Dewang, Syamsir, Suriani, Hadriani, Siti, Bannu, dan Abdullah, B. 2017. *Physical Properties of Nyamplung Oil (Calophyllum inophyllum L) for Biodiesel Production*. Journal of Physics. Volume 846
- Dirjen EBT dan Konservasi Energi. 2016. “*Laporan Kinerja. Direktorat Jendral Energi Baru Terbarukan dan Konservasi Energi*”. Hlm 24.
- El Sherbiny S.A., Refaaat A.A., El Sheltawy S.T. 2010. “*Production of Biodiesel Using the Microwave Technique*”. Journal of Advanced Research, Vol. 1, hal. 309-314.
- Evangelista, Joao P.C., Thiago Chellapa, Ana C.F. Coriolano, Valter J. Fernandes Jr., Luiz D. Souza, dan Antonio S. Araujo. 2012. “*Synthesis of Alumina Impregnated with Potassium Iodide Catalyst for Biodiesel Production from Rice Bran Oil*”. Brazil: Federal University of Rio Grande do Norte
- Fatih Ridhlo M, Safetyllah Jatranti, Lailatul Qadariyah dan Mahfud. 2014. “*Pembuatan Biodiesel dari Minyak Nyamplung dengan Pemanasan Gelombang Mikro*”. Jurnal Teknik POMITS Vol.3, No.2.
- Freedman B., Butterfield R.O., dan Pryde E.H. 1986. “*Transesterification Kinetics of Soybean Oil*”. Amerika: J. Am. Oil Chem. Society.

- Freedman,B, Pryde,E.H, dan Mounts,T.L. 1984. “*Variable Affecting the Yields of Fatty Esters from Transesterified Vegetable Oils*”. Northern Regional Research Center,Agricultural Research Service, U.S. Department of Agriculture.
- Friday, J.B., dan Richard O. 2007. “*Farm and Forestry Production and Marketing Profile for Tamanu (Calophyllum inophyllum)*”. Utah: The cooperative state research, education and extension service, US. Department of Agriculture, and Agricultural experiment Station, Utah State University.
- Gomes, Joao F.P., Puna, Jaime F.B., Goncalves, Lissa M., and Bordabo, Joao C.M. 2011. “*Study on the use of MgAl hydrotalcites as solid heterogeneous catalysts for biodiesel production*”. Energy Journal volume 36, Issue 12, Pages 6770-6778
- Gude, Veera Gnaneswar, Prafulla Patil, Edith Martinez-Guerra, Shuguang Deng, dan Nagamany Nirmalakhandan. 2013. “*Microwave Energy Potential for Biodiesel Production*”. Journal Sustainable Chemical Processes. Amerika: Mississippi State University.
- Wahyudi Anggoro Hadi. 2009. “*Pemanfaatan Minyak Biji Nyamplung (Calophyllum inophyllum L.) Sebagai Bahan Bakar Minyak Pengganti Solar*”. Jurnal Riset Daerah Vol. VIII no.2.
- Hadi Saroso, Rizky Ardiansyah. 2017. “*Transesterifikasi Minyak Nyamplung (Calophyllum Inophyllum L) Dengan Katalis Cao Dan Naoh Menggunakan Microwave*”. Jurusan Teknik Kimia, Politeknik Negeri Malang, Jl Soekarno Hatta no 9, Malang, 04.
- Handayani S.P. 2010. “*Pembuatan Biodiesel dari Minyak Ikan dengan Radiasi Gelombang Mikro*”. Sripsi Jurusan FMIPA Universitas Sebelas Maret Surakarta
- Haryono, Solihudin, Rukiah, dan Suryani, Susi. 2016. *Biodiesel Dari Minyak Nyamplung Terozonisasi Melalui Esterifikasi*

- Dan Transesterifikasi Dengan Bantuan Gelombang Ultrasonik*. Jurnal Sains Dasar, 5 (2), 148-153
- Islam, M.N., and Beg, M.R.A. 2004. “*The Fuel Properties of Pyrolysis Liquid Derived from Urban Solid Wastes in Bangladesh*”. Bioresources Technology 92 : 181-186.
- Joelianingsih, Armansyah H. Tambunan, Hiroshi Nabetani, Yasuyuki Sagara, dan Kamaruddin Abdullah. 2006. “*Perkembangan Proses Pembuatan Biodiesel Sebagai Bahan Bakar Nabati (BBN)*”. Bogor: Institut Pertanian Bogor.
- Ketaren, S. 1986. “*Pengantar Teknologi Minyak dan Lemak Pangan*”. Universitas Indonesia (UI-Press), Jakarta.
- Khaidir., Nasruddin., Syahputra, Dani. 2015. “*Pengolahan Ampas Kelapa Dalam menjadi Biodiesel pada Beberapa Variasi Konsentrasi Katalis Kalium Hidroksida (KOH)*”. Jurnal Samudra Vol. 9, Fakultas Pertanian Universitas Malikussaleh Lhokseumawe, Aceh.
- Koswara, S. 2009. “*Teknologi Pengolahan Telur*” . eBook Pangan.com
- Lam, M.K, Lee,K.T, dan Mohamed,A.R. 2010. “*Homogeneous, heterogeneous and enzymatic catalysis for transesterification of highfree fatty acid oil (waste cooking oil) to biodiesel*” School of Chemical Engineering, Universiti Sains Malaysia, Malaysia.
- Li, Xinhao dan Xu, Jiayi. 2017. “*Effects of the Microwave Power on the Microwave-assisted Esterification*”. Current Microwave Chemistry, 4, 1-5
- Marnoto, Tjukup dan E. Sulistyawati. 2010. “*Biodiesel dari Minyak Nyamplung (Calophyllum inophyllum) dan Spiritus dengan Katalisator Kapur Tohor*”. Yogyakarta: Universitas Pembangunan Nasional Veteran.
- Meilana D.P., Yuli R., Rinny J., Chairul I., and Iryanti F.N. 2017. “*Pottential waste from palm empty fruit bunches and eggshells as a heterogeneous catalyst for biodiesel*

- production*". Royal Society of Chemistry. Banjarbaru: Lambung Mangkurat University.
- Ministry of Forestry of the Republic of Indonesia (The Forestry Research and Development Agency). Nyamplung Calophyllum inophyllum L sumber energi biofuel yang potensial 2008, Jakarta, Indonesia: Forestry information centre.
- Mittelbach, M., dan C. Remschmidt..2004. "*Biodiesel: The Comprehensive Handbook*", Martin Mittelbach, Graz, Austria (dalam Prosiding Seminar Nasional Tatang H. Soerawidjaja).
- Motasemi, F. dan F.N. Ani. 2012. "*A Review on Microwave-Assisted Production Biodiesel*". Johor Bahru: Faculty of Mechanical Engineering, Malaysia Technology of University.
- Murakami, Fabio Seigi, Rodrigues, Patrik Oening, Campos, Celia Maria Teixeira de, dan Silve, Marcos Antonio Segatto. 2007. *Physicochemical study of CaCO₃ from egg shell. Food Science and Technology*, 27(3), 658-662.
- Nasution, M.A., dkk. 2007. "*Pengaruh Penggunaan Bahan Bakar Biodiesel Sawit terhadap Konsumsi dan Emisi Mobil Diesel Tipe Common Rail*". Jurnal Penelitian Kelapa Sawit, 15(2): 91-102.
- Natalia Christina, Edwin Sungadi, Herman Hindarso, dan Yohanes Kurniawan. 2017. "*Pembuatan Biodiesel Dari Minyak Nyamplung Dengan Menggunakan Katalis Berbasis Kalsium*". Jurusan Teknik Kimia, Fakultas Teknik, Universitas Katolik Widya Mandala, Surabaya, Indonesia
- Ngadi, Norzita, Hamdan, Nur Fadzyana, Hassan, Onn; Jaya, Ramadhansyah Putra. 2016. *Production of Biodiesel from Palm Oil Using Egg Shell Waste as Heterogeneous Catalyst*. Jurnal Teknologi (Science & Engineering), 78 (9), 59-63
- Nur Hidayanti dan Mahfud. 2016. "*Studi Reaksi Transesterifikasi Minyak Kelapa dengan Menggunakan Microwave*". Tesis

- Program Magister. Surabaya: Jurusan Teknik Kimia, Institut Teknologi Sepuluh Nopember.
- Perry, Robert H., dan Don Green. 1984. "*Perry's Chemical Engineering Handbook*, 6th edition". Mc Graw Hill International Edition, New York.
- Prihandana, R., Hendroko, R., Nuramin, M. 2006. "*Menghasilkan Biodiesel Murah Mengatasi Polusi dan Kelangkaan BBM*". PT AgroMedia Pustaka.
- Putra, Rhesa P., Wibawa, Gria A., Pantjawarni P., Mahfud, dkk. 2012. "*Pembuatan Biodiesel Secara Batch Dengan Memanfaatkan Gelombang Mikro*". Jurnal Teknik ITS Vol.1, no.1.
- Quitain, A.T., Katoh, S., Goto, M. 2008. "*Microwave-Assisted Synthesis of Biofuel*". www.intechopen.com, Vol.16, hal. 415-435.
- Rahayu, Wilujeng dan Ayyu Fityatin L.H. 2011. "*Pembuatan Biodiesel secara Kontinyu dengan Memanfaatkan Gelombang Mikro (Microwave)*". Surabaya: Jurusan Teknik Kimia, Institut Teknologi Sepuluh Nopember.
- Refaat, A.A, dan Sheltawy, S.T. 2008. "*Time factor in microwave enhanced biodiesel production*". The World Scientific and Engineering Academy and Society Transactions on Environment and Development.
- Ristianingsih, Yuli, Sutijan, dan Budiman, Arif. 2011. "*Studi Kinetika Proses Kimia dan Fisika Penghilangan Getah Crude Palm Oil (CPO) Dengan Asam Fosfat. Reaktor*". 13 (4), 242-247
- Sari T.I., Said M., Summa A.W., Sari A.K. 2011. "*Katalis Basa Heterogen Campuran CaO dan SrO pada Reaksi Transesterifikasi minyak kelapa sawit*". Prosiding Seminar Nasional AVOER ke-3, hal. 482-493.
- Sekjen DEN. 2015. "*Ketahanan Energi 2015*". Sekretaris Dewan Energi Nasional. Hlm 10.

- Shahid E.M., Jamal Y. 2011. “*Production of Biodiesel: A technical Review*”. Renewable and Sustainable Energy Reviews, Vol. 15, hal. 4732-4745.
- Silitonga, H.H. Masjuki, T.M.I. Mahlia, W.T. Chong, Ong, H.C., A.S. dan M.H. Boosroh. 2013. “*Production and Comparative Fuel Properties of Biodiesel From NonEdible Oils : Jatropha curcas, Sterculia foetida and Ceiba pentandra*”. Kuala Lumpur: University of Malaya
- SNi. 2012. “*SNi 7182:2012 Biodiesel*”. Jakarta: BSN
- Soerawidjaja, Tatang. H. 2005. “*Pengembangan Industri Biodiesel di Indonesia*”. Forum Biodiesel Indonesia (FBI), Bandung.
- Sri, Handyani; Cahyorini, Kusumawardani, dan Kun, Sri Budiasih. 2013. “*Sintesis dan Karakterisasi Hidrotalsit Mg/Al dengan Metode Kopresipitasi Hidrtermal untuk Reaksi Kondensasi Aldol*”. Laporan Tahunan Hibah Bersaing Universitas Negeri Yogyakarta.
- Stamenkovic O.S., Todorovic Z.B., Lazic M.L., Veljkovic V.B., Skala D.U. 2008. “*Kinetics of Sunflower Oil Methanolysis at Low Temperatures*”. Biosource Technology, Vol. 99, hal. 1131-1140.
- Sudrajat, R., Sahirman, A. Suryani dan D. Setiawan. 2010. “*Proses Transesterifikasi pada Pembuatan Biodiesel Menggunakan Minyak Nyamplung (Calophyllum inophyllum L.) yang Telah Dilakukan Esterifikasi*”. Bogor: Pusat Litbang Hasil Hutan.
- Suppes, G.J, Bockwinkel, K, Lucas, S, Botts, J.B, Mason, M.H, dan Heppert, J.A. 2001. “*Calcium Carbonate Catalyzed Alcoholysis of Fats and Oils*”. Department of Chemical and Petroleum Engineering and Chemistry, The University of Kansas.
- Tesfa, B., Mishra R., Gu F., dan Powles N. 2010. “*Prediction Models for Density and Viscosity of Biodiesel and Their Effects on Fuel Supply System in CI Engines*”. Queensgate: University of Huddersfield

- Veljkovic, B. Vlada, et al. 2011. *“Biodiesel Production by Ultrasound-Assisted Transesterification: State of the Art and the Perspectives”*. Serbia: Scencedirect.
- Vicente G., Martinez M., Aracil J. 2004. *“Integrated Biodiesel Production: A Comparison of Different Homogeneous Catalysts Systems”*. Bioresource Technology, Vol.92, hal.27-30.
- Wei, Z., Xu, C., and Li, B., 2009. *Application of Waste Eggshell as Low-Cost Solid Catalyst for Biodiesel Production*. Bioresource Technology, 100(11), 2883-2885.
- Widyasanti, A., Nurjanah, S., Tubagus M.G.S. 2017. *“Pengaruh Suhu Dalam Proses Transesterifikasi Pada Pembuatan Biodiesel Kemiri Sunan (Reautealis Trisperma)”*. Departemen Teknik Pertanian dan Biosistem, Fakultas Teknologi Industri Pertanian, Universitas Padjadjaran Jl. Bandung Sumedang km 21, Jatinangor, Sumedang, 45363.
- Witoon, Thongthai. 2011. *Characterization of Calcium Oxide Derived From Waste Eggshell And Its Application As CO₂ Sorbent*. Ceramic International, 37. 3291-3298
- Yati B. Yulyati, Haryono, Iman Rahayu. 2016. *“Biodiesel dari Minyak Goreng Sawit Bekas dengan Katalis Heterogen CaO: Studi Penentuan Rasio Mol Minyak/Metanol dan Waktu Reaksi Optimum”*. Departemen Kimia, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Padjadjaran Jl. Raya Bandung-Sumedang KM. 21 Jatinangor-Sumedang 45363.
- Yuan, H., Yang, B., Zhu, G., 2009. *Synthesis of biodiesel using microwave absorption*.
- Zhang, Honglei, Ding, Jincheng, dan Zhao, Zengdian. 2012. *Microwave assisted esterification of acidified oil from waste cooking oil by CERP/PES catalytic membrane for biodiesel production*. Bioresource Technology, 123, 72-77
- Zumdahl Steven S. 2009. *“Chemical Principles 6th Ed”*. Houghton Mifflin Company. P. A21. ISBN 0-618-94690-X.

APPENDIKS A

CARA PERHITUNGAN

A.1 Karakteristik Minyak Mentah Biji Nyamplung

A.1.1 Perhitungan Densitas Minyak Biji Nyamplung

$$\text{Densitas } (\rho) = \frac{m_2 - m_1}{v \text{ larutan sampel}}$$

di mana: m_1 = massa kosong pikno (gram)

m_2 = massa pikno + sampel (gram)

v larutan sampel = 5,1326 mL

Perhitungan densitas minyak mentah biji nyamplung :

Massa piknometer kosong = 13,8283 gram

Massa piknometer + minyak nyamplung = 18,6463 gram

$$\rho = \frac{m}{v} = \frac{18,6463 - 13,8283}{5,1326} = 0,9387 \text{ g/mL}$$

A.1.2 Perhitungan Viskositas Minyak Biji Nyamplung

Perhitungan viskositas :

$$\text{Viskositas kinematik (Vk)} = \frac{\eta_{\text{sampel}}}{\rho_{\text{sampel}}}$$

$$\eta_{\text{sampel}} = \frac{t_{\text{sampel}} \times \rho_{\text{sampel}}}{t_{\text{air}} \times \rho_{\text{air}}} \times \eta_{\text{air}}$$

Dimana: η adalah viskositas dinamik (g/cm.s) atau (cP);

V_k = viskositas kinematik (m^2/s) atau (cSt);

ρ = massa jenis (g/mL).

t = waktu yang dibutuhkan sample dari titik a sampai b (sekon)

Waktu minyak (t_{sampel}) = 362,85 sekon,

ρ_{minyak} = 0,9387 g/ml; t_{air} = 4,47 sekon;

ρ_{air} = 0,9923 g/ml, η_{air} = 0,6560 cP

$$\eta \text{ minyak} = \frac{362,85 \times 0,9387}{4,47 \times 0,9923} \times 0,6560 = 50,3386 \text{ cP}$$

$$\text{Viskositas minyak} = \frac{50,3386}{0,9387} = 53,6259 \text{ cSt}$$

A.2 Perhitungan Berat Molekul Minyak Biji Nyamplung

Basis massa minyak yang digunakan untuk menentukan berat molekul minyak biji nyamplung adalah 100 gram minyak.

Table A.1.2.1 Perhitungan Berat Molekul Minyak Biji Nyamplung

| Asam Lemak Jenuh | BM (g/mol) | Komposisi (%) | Massa Komponen (g) | Mol Komponen (mol) |
|------------------|------------|---------------|--------------------|--------------------|
| Asam Myristate | 225 | 0,09 | 0,09 | 0,0004 |
| Asam Palmitate | 256 | 14,60 | 14,60 | 0,0570 |
| Asam Stearat | 284 | 19,96 | 19,96 | 0,0703 |
| Asam Arachidate | 312 | 0,94 | 0,94 | 0,0030 |
| Asam Erukate | 338 | 0,24 | 0,24 | 0,0007 |
| Total | | 35,83 | 35,83 | 0,1314 |

| Asam Lemak Tidak Jenuh | BM (g/mol) | Komposisi (%) | Massa Komponen (gram) | Mol Komponen (mol) |
|------------------------|------------|---------------|-----------------------|--------------------|
| Asam Oleat | 282 | 37,57 | 37,57 | 0,1332 |
| Asam Linoleat | 280 | 26,33 | 26,33 | 0,0940 |
| Asam Linolenat | 278 | 0,27 | 0,27 | 0,0010 |
| Total | | 64,17 | 64,17 | 0,2282 |

(Sumber: *The Forestry Research and Development Agency*, 2008)

$$\begin{aligned}
 \text{➤ Total mol asam lemak} &= \text{Mol asam lemak jenuh} + \text{Mol asam lemak tidak jenuh} \\
 &= 0,1314 \text{ mol} + 0,2282 \text{ mol} \\
 &= 0,3596 \text{ mol}
 \end{aligned}$$

$$\begin{aligned}
 \text{➤ BM campuran asam lemak} &= \frac{\text{Total massa asam lemak}}{\frac{\text{Total mol asam lemak}}{100 \text{ gram}}} \\
 &= \frac{0,3596 \text{ mol}}{100 \text{ gram}} \\
 &= 278,0329 \text{ g/mol}
 \end{aligned}$$

$$\begin{aligned}
 \text{➤ Sehingga BM Minyak Biji Nyamplung} &= \\
 &= (3 \times \text{BM}_{\text{campuran asam lemak}}) + \text{BM Gliserol} - (3 \times \text{BM}_{\text{air}}) \\
 &= (3 \times 278,0329 \text{ g/mol}) + 92,0938 \text{ g/mol} - (3 \times 18,0153 \text{ g/mol}) \\
 &= 872,1456 \text{ g/mol}
 \end{aligned}$$

(Silva et. all, 2011)

A.3 Degumming

Konsentrasi asam fosfat (H_3PO_4) yang tersedia di laboratorium memiliki kepekatan 85%. Karena konsentrasi asam fosfat yang digunakan 85%, sehingga tidak dilakukan pengenceran.

Jadi untuk menghitung kebutuhan asam fosfat 5% (v/v) pada volume sampel 100 mL yaitu :

$$\text{kebutuhan asam fosfat} = \frac{5}{100} \times 100 \text{ mL} = 5 \text{ mL}$$

A.4 Esterifikasi

A.4.1 Perhitungan %FFA Minyak Biji Nyamplung

$$\text{Bilangan Asam} = \frac{V \text{ KOH} \times N \text{ KOH} \times \text{BM KOH}}{m.\text{sample}} \times 100\%$$

dimana :

V KOH = Volume KOH yang dibutuhkan untuk titrasi (mL)

N KOH = Normalitas KOH (0,1 N)

BM KOH = Berat Molekul KOH (56,1 g/mol)

m sampel = massa sampel (gram)

$$\text{Kadar FFA (\%)} = \frac{\text{Bilangan Asam}}{\text{Faktor Konversi}} \%$$

Dimana:

Bilangan asam = Jumlah KOH dalam mg yang dibutuhkan untuk menetralkan asam lemak bebas (FFA) untuk tiap gram minyak atau biodiesel (mg KOH/g minyak atau biodiesel).

$$\text{Faktor konversi} = \frac{\text{BM KOH} \times 10}{\text{BM rata-rata FFA}} = \frac{561}{278,0329} = 2,0177$$

Contoh perhitungan % FFA pada minyak biji nyamplung

➤ Kebutuhan KOH 0,1 N dalam 500 mL, yaitu :

$$M = \frac{n}{V}$$

$$M = \frac{\text{gr/BM}}{V}$$

$$0,1 \text{ mol/L} = \frac{\frac{m \text{ KOH}}{56,1 \text{ g/mol}}}{0,5 \text{ L}}$$

$$0,05 \text{ mol} = \frac{m \text{ KOH}}{56,1 \text{ g/mol}}$$

$$m \text{ KOH} = 2,8050 \text{ gram}$$

maka untuk membuat larutan KOH 0,1 N; timbang KOH sebanyak 2,8050 gram dan larutkan ke dalam labu ukur 500 mL dengan aquadest.

Diketahui :

$$\text{Normalitas KOH} = 0,1 \text{ N}$$

$$\text{BM KOH} = 56,1 \text{ g/mol}$$

$$\text{Volume KOH untuk titrasi} = 21,4 \text{ mL}$$

$$\text{massa sampel} = 2,1325 \text{ gram} \quad (\text{untuk minyak sebelum degumming})$$

$$\begin{aligned} \text{Bilangan asam} &= \frac{21,4 \text{ mL} \times 0,1 \frac{\text{mol}}{\text{mL}} \times 56,1 \frac{\text{g KOH}}{\text{mol}}}{2,1325 \text{ g}} \times 100\% \\ &= 56,2973 \text{ mg KOH/g minyak nyamplung} \end{aligned}$$

Konversi Bilangan Asam ke FFA (%):

$$\text{FFA (\%)} = \frac{56,2973}{2,0177} = 27,9017\%$$

Hasil perhitungan untuk mengetahui nilai %FFA < 2% dengan proses esterifikasi, dapat dilihat dalam Appendiks B pada Tabel B.3.2

A.1.4.2 Perhitungan Kebutuhan Katalis H₂SO₄

$$\text{Kebutuhan H}_2\text{SO}_4 = \frac{\text{volume M Ny} \times \rho \text{ MNy} \times \% \text{ katalis}}{100 \times \rho \text{ H}_2\text{SO}_4}$$

Contoh perhitungan kebutuhan katalis H₂SO₄ 10% (w/w) dengan variabel tetap yaitu daya 450 watt dan waktu pemanasan selama 20 menit

Diketahui :

$$V \text{ minyak nyamplung} = 100 \text{ mL}$$

maka, Kebutuhan H₂SO₄ :

$$\text{Kebutuhan H}_2\text{SO}_4 = \frac{100 \text{ mL} \times 0,9132 \frac{\text{g}}{\text{mL}} \times 10}{100 \times 1,84}$$

$$= 4,9630 \text{ mL}$$

A.1.4.3 Perhitungan Kebutuhan Metanol

Kebutuhan metanol

$$= \frac{\text{volume MNy} \times \rho \text{ MNy} \times \text{ratio metanol} \times \text{BM metanol}}{\text{BM MNy} \times \rho \text{ metanol}}$$

Kebutuhan metanol :

Contoh perhitungan kebutuhan metanol dengan ratio 1:40 untuk pengenceran katalis H₂SO₄ menggunakan variabel tetap yaitu daya 450 watt dan waktu pemanasan selama 20 menit

Diketahui :

$$V \text{ minyak nyamplung} = 100 \text{ mL}$$

$$\rho \text{ minyak nyamplung} = 0,9132 \text{ g/mL}$$

| | |
|---------------------|------------------|
| BM minyak nyamplung | = 872,1456 g/mol |
| BM metanol | = 32,04 g/mol |
| ρ metanol | = 0,7918 g/mL |

maka, kebutuhan metanol 98%:

$$\begin{aligned} &\text{Kebutuhan metanol} \\ &= \frac{100 \text{ mL} \times 0,9132 \frac{\text{g}}{\text{mL}} \times 40 \times 32,04 \frac{\text{g}}{\text{mol}}}{872,1456 \frac{\text{g}}{\text{mol}} \times 0,7918 \frac{\text{g}}{\text{mL}} \times 0,98} \\ &= 172,9369 \text{ mL} \end{aligned}$$

A.1.5 Transesterifikasi

A.1.5.1 Perhitungan Kebutuhan Katalis

$$\text{Kebutuhan Katalis CaO} = \frac{\text{volume M Ny} \times \rho \text{ M Ny} \times \% \text{ katalis}}{100}$$

Contoh perhitungan kebutuhan katalis CaO 1% dengan variabel daya 300 watt dan waktu pemanasan selama 10 menit.

Diketahui :

$$V \text{ minyak nyamplung} = 30 \text{ mL}$$

$$\rho \text{ minyak nyamplung} = 0,9030 \text{ g/mL}$$

maka, Kebutuhan CaO :

$$\begin{aligned} \text{Kebutuhan CaO} &= \frac{30 \text{ ml} \times 0,9030 \text{ g/mL} \times 1}{100} \\ &= 0,2709 \text{ gram} \end{aligned}$$

A.1.5.2 Perhitungan Kebutuhan Metanol

$$\begin{aligned} &\text{Kebutuhan metanol} \\ &= \frac{\text{volume M Ny} \times \rho \text{ M Ny} \times \text{ratio metanol} \times \text{BM metanol}}{\text{BM M Ny} \times \rho \text{ metanol}} \end{aligned}$$

Kebutuhan metanol :

Contoh perhitungan kebutuhan metanol dengan ratio 1:9 pada variabel daya 300 watt dengan waktu ekstraksi selama 10 menit dan konsentrasi katalis 1%

Diketahui :

| | |
|-------------------------|------------------|
| V minyak nyamplung | = 30 mL |
| ρ minyak nyamplung | = 0,9030 g/mL |
| BM minyak nyamplung | = 872,1456 g/mol |
| BM metanol | = 32,04 g/mol |
| ρ metanol | = 0,7918 g/mL |

maka, kebutuhan metanol 98%:

Kebutuhan metanol

$$= \frac{30 \text{ mL} \times 0,9030 \frac{\text{g}}{\text{mL}} \times 9 \times 32,04 \frac{\text{g}}{\text{mol}}}{872,1456 \frac{\text{g}}{\text{mol}} \times 0,7918 \frac{\text{g}}{\text{mL}} \times 0,98}$$
$$= 11,5429 \text{ mL}$$

A.1.5.3 Perhitungan Densitas Produk Biodiesel

Perhitungan densitas :

$$\text{Densitas } (\rho) = \frac{m_2 - m_1}{v \text{ larutan sampel}}$$

Dimana: m_1 = massa kosong pikno (gram)

m_2 = massa pikno + sampel (gram)

v larutan sampel = 5,1326 mL

Contoh perhitungan densitas pada variabel daya 300 Watt dengan konsentrasi katalis 1% dan waktu pemanasan selama 30 menit pada CaO telru, diperoleh :

Massa piknometer kosong = 13,8280 gram

Massa piknometer + biodiesel = 18,3916 gram

$$\rho = \frac{m}{v} = \frac{18,3916 - 13,8280}{5,1326} = 0,8891 \text{ g/mL}$$

Hasil perhitungan untuk variabel lain dikerjakan dengan cara yang sama dalam Appendix B pada Tabel B.4.5 s.d. B.4.6

A.1.5.4 Perhitungan Viskositas Produk Biodiesel

Perhitungan viskositas :

$$\text{Viskositas kinematik (V}_k\text{)} = \frac{\eta_{\text{sampel}}}{\rho_{\text{sampel}}}$$

$$\eta_{\text{sampel}} = \frac{t_{\text{sampel}} \times \rho_{\text{sampel}}}{t_{\text{air}} \times \rho_{\text{air}}} \times \eta_{\text{air}}$$

Dimana: η adalah viskositas dinamik (g/cm.s) atau (cP);

V_k = viskositas kinematik (m^2/s) atau (cSt);

ρ = massa jenis (g/mL).

t = waktu yang dibutuhkan sample dari titik a sampai b (sekon)

Contoh perhitungan densitas pada variabel daya 300 Watt dengan konsentrasi katalis 1% dan waktu pemanasan selama 30 menit pada CaO komersial, diperoleh :

Waktu biodiesel (t_{sampel}) = 35,35 sekon, ρ_{minyak} = 0,891 g/ml

t_{air} = 4,47 sekon, ρ_{air} = 0,9923 g/ml, η_{air} = 0,6560 cP

$$\eta_{\text{minyak}} = \frac{35,35 \times 0,891}{4,47 \times 0,9923} \times 0,6560 = 4,6544 \text{ cP}$$

$$\text{Viskositas minyak} = \frac{4,6544}{0,891} = 5,2240 \text{ cSt}$$

Hasil perhitungan untuk variabel lain dikerjakan dengan cara yang sama dalam Appendiks B pada Tabel B.4.7

A.5.5 Perhitungan *Yield* Produk Biodiesel

Perhitungan *yield* menggunakan pendekatan penurunan viskositas dari minyak biji nyamplung menjadi biodiesel. Kadar biodiesel didapat dari :

$$x_2 = \frac{\ln \eta_1 - \ln \eta_{\text{biodiesel}}}{\ln \eta_1 - \ln \eta_2}$$

(Tesfa et al, 2010)

η_1 = Viskositas minyak biji nyamplung setelah degumming

$\eta_{\text{biodiesel}}$ = Viskositas produk biodiesel

- η_2 = Viskositas biodiesel standar dari *blending* B80 (80% biodiesel dan 20% solar)) yaitu 3,70 cSt
(H. Raheman, S.V. Ghadge / Fuel 86, 2007)
- x_2 = kadar biodiesel dalam produk (hasil transesterifikasi)

Persamaan yang di gunakan adalah :

$$Yield = \frac{\text{massa FAME}}{\text{massa minyak biji nyamplung}} \times 100\%$$

$$Yield = \frac{\text{massa produk biodiesel} \times \text{kadar biodiesel}}{\text{massa minyak biji nyamplung}}$$

Contoh perhitungan *yield* pada variabel daya 300 watt dengan konsentrasi katalis 1% dan waktu pemanasan selama 30 menit pada CaO telur, diperoleh :

$$\eta_1 = 40,4428 \text{ cSt}$$

$$\eta_2 = 3,70 \text{ cSt}$$

$$\eta_{\text{biodiesel}} = 5,7003 \text{ cSt}$$

maka :

$$x_2 = \frac{\ln \eta_1 - \ln \text{biodiesel}}{\ln \eta_1 - \ln \eta_2}$$

$$x_2 = \frac{\ln(40,4428) - \ln(5,7003)}{\ln(40,4428) - \ln(3,70)}$$

$$x_2 = 0,8193$$

$$Yield = \frac{25,2209 \times 0,8193}{27,09} \times 100\%$$

$$Yield = 76,28\%$$

Hasil perhitungan untuk variabel lain dikerjakan dengan cara yang sama dalam Appendix B pada Tabel B.4.1 s.d. B.4.4

A.6 Gas Chromatography

Komposisi Analisis GC Metil Ester dari Biji Nyamplung dengan Katalis CaO Telur

| No. | Compound Name | RetTime (min) | Area (pA*s) | Komposisi relatif (%) |
|--------------|------------------|---------------|--------------------|-----------------------|
| 1 | Methyl Laurate | 10,187 | 153,99326 | 0,1508 |
| 2 | Methyl Palmitate | 14,995 | 17358,7 | 17,0031 |
| 3 | Methyl Oleate | 18,953 | 61039,4 | 59,7891 |
| 4 | Methyl Linoleate | 19,690 | 22573,0 | 22,1106 |
| 5 | Methyl Stearate | 22,221 | 966,1261 | 0,9463 |
| TOTAL | | | 102091,2194 | 100 |

Contoh perhitungan persentase komposisi relatif *FAME* terhadap total *FAME* pada produk dengan variabel daya 300 W, konsentrasi katalis 1% (w/w), dan waktu pemanasan 10 menit., diperoleh:

$$\begin{aligned} \text{Persen komposisi relatif Metil Laurat} &= \frac{\text{Area (A)}}{\text{Total Area FAME}} \times 100\% \\ &= \frac{153,9933}{102091,2194} \times 100\% \\ &= 0,1508\% \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} \text{Persen komposisi relatif Metil Palmitat} &= \frac{17358,7}{102091,2194} \times 100\% \\ &= 17,0031\% \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} \text{Persen komposisi relatif Metil Oleat} &= \frac{61039,4}{102091,2194} \times 100\% \\ &= 59,7891\% \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} \text{Persen komposisi relatif Metil Linoleat} &= \frac{22573,0}{102091,2194} \times 100\% \\ &= 22,1106\% \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} \text{Persen komposisi relatif Metil Stearat} &= \frac{966,1261}{102091,2194} \times 100\% \\ &= 0,9463\% \end{aligned}$$

APPENDIKS B

HASIL PERHITUNGAN

B Hasil Perhitungan Tahap Pembuatan Biodiesel

B.1 Karakteristik Minyak Mentah Nyamplung

Dari hasil karakteristik minyak mentah nyamplung (sebelum *degumming*) pada penelitian ini diperoleh hasil sebagai berikut:

Tabel B.1.1 Hasil Perhitungan Densitas, Viskositas, dan Kadar FFA Minyak sebelum *Degumming*

| Massa Minyak 5,1326 mL (gram) | Densitas (g/ml) | t (detik) | Viskositas (cSt) |
|----------------------------------|-----------------|-----------|------------------|
| 4,8180 | 0,9387 | 362,85 | 53,6259 |

Tabel B.1.2 Hasil Analisa GC Minyak Nyamplung sebelum *Degumming*

| Jenis komposisi | Komposisi (%) |
|------------------------------|---------------|
| <i>Free Fatty Acid</i> (FFA) | 15,7568 |
| Monogliserida (MAG) | 12,2459 |
| Digliserida (DAG) | 4,6605 |
| Trigliserida (TAG) | 63,9121 |
| Others | 3,4247 |
| Jumlah | 100 |

B.2 *Degumming*

Dari hasil *degumming* yang dilakukan pada penelitian ini adalah sebagai berikut:

Tabel B.2.1 Hasil Perhitungan Densitas, Viskositas, setelah *Degumming*

| Massa Minyak 5,1326 mL (gram) | Densitas (g/ml) | t (detik) | Viskositas (cSt) |
|-------------------------------|-----------------|-----------|------------------|
| 4,6871 | 0,9132 | 273,65 | 40,4428 |

Tabel B.2.2 Hasil Perhitungan Kadar FFA (%) Minyak setelah *Degumming*

| Massa sampel (gram) | Volume Titration KOH 0,1 N (mL) | Bilangan Asam | Kadar FFA (%) |
|---------------------|---------------------------------|---------------|---------------|
| 2,1601 | 15 | 38,9565 | 19,3069 |

B.3 *Esterifikasi*

Dari hasil esterifikasi yang telah dilakukan pada penelitian ini, diperoleh hasil sebagai berikut:

Tabel B.3.1 Hasil Perhitungan Densitas, Viskositas, setelah *Degumming*

| Massa Minyak 5,1326 mL (gram) | Densitas (g/ml) | t (detik) | Viskositas (cSt) |
|-------------------------------|-----------------|-----------|------------------|
| 4,6347 | 0,9030 | 151,50 | 22,3905 |

Tabel B.3.2 Hasil Perhitungan FFA (%) pada Katalis H₂SO₄ dengan Daya 450 Watt

| Ratio mol minyak : methanol | Kadar Katalis H ₂ SO ₄ (%) w/w) | Daya (Watt) | Waktu (menit) | Volume Titrasi KOH (mL) | Kadar FFA akhir (%) |
|-----------------------------|---|-------------|---------------|-------------------------|---------------------|
| 1:40 | 0 | 450 | 0 | 21,4 | 27,9011 |
| | 5 | 450 | 20 | 0,4 | 0,5234 |
| | 10 | 450 | 20 | 0,3 | 0,4076 |
| | 15 | 450 | 20 | 0,25 | 0,3428 |

B.4 Transesterifikasi

Dari hasil transesterifikasi yang telah dilakukan pada penelitian ini, diperoleh hasil sebagai berikut :

Tabel B.4.1 Hasil Perhitungan *Yield* Biodiesel pada Berbagai Katalis CaO Komersial

| Jenis | Power (W) | Concent (%) | Time (min) | M.Bio (gram) | Yield Massa (%) | Yield FAME (%) |
|----------------------|-----------|-------------|------------|--------------|-----------------|----------------|
| CaO Komersial | 150 | 1 | 10 | 19,6195 | 72,42 | 51,04 |
| | 300 | 1 | 10 | 25,1174 | 92,72 | 71,07 |
| | 450 | 1 | 10 | 26,4714 | 97,72 | 68,86 |
| | 600 | 1 | 10 | 24,2570 | 89,54 | 63,10 |

| | | | | | |
|-----|---|----|---------|-------|-------|
| 300 | 1 | 10 | 25,1174 | 92,72 | 71,07 |
| 300 | 2 | 10 | 23,2590 | 85,86 | 65,81 |
| 300 | 3 | 10 | 21,9273 | 80,94 | 62,04 |
| 300 | 4 | 10 | 20,9303 | 77,26 | 59,22 |
| 300 | 5 | 10 | 21,1387 | 78,03 | 59,81 |
| 300 | 1 | 2 | 24,4271 | 90,17 | 46,92 |
| 300 | 1 | 6 | 25,1439 | 92,82 | 59,28 |
| 300 | 1 | 10 | 25,1174 | 92,72 | 71,07 |
| 300 | 1 | 20 | 23,1958 | 85,63 | 68,32 |
| 300 | 1 | 30 | 20,3434 | 75,10 | 64,26 |
| 150 | 1 | 20 | 19,5297 | 72,09 | 55,26 |
| 150 | 3 | 30 | 22,0097 | 81,25 | 62,27 |
| 150 | 5 | 20 | 14,3736 | 53,06 | 40,67 |
| 150 | 3 | 10 | 15,2140 | 56,16 | 43,05 |
| 300 | 3 | 20 | 21,1573 | 78,10 | 59,86 |
| 300 | 5 | 30 | 23,4952 | 86,73 | 66,48 |
| 300 | 5 | 10 | 21,1387 | 78,03 | 59,81 |
| 450 | 3 | 10 | 23,8180 | 87,92 | 67,39 |

| | | | | | | |
|--|-----|---|----|---------|-------|-------|
| | 450 | 3 | 30 | 18,8540 | 69,60 | 53,34 |
| | 450 | 1 | 20 | 22,1348 | 81,71 | 62,63 |
| | 450 | 5 | 20 | 23,7490 | 87,67 | 67,19 |

Tabel B.4.2 Hasil Perhiungan *Yield* Biodiesel pada Berbagai Katalis CaO Kulit Telur

| Jenis | Power (W) | Concent (%) | Time (min) | M.Bio (gram) | Yield Massa (%) | Yield FAME (%) |
|--------------------------------|--------------|----------------|---------------|-----------------|--------------------|----------------------|
| CaO Kulit Telur | 150 | 1 | 10 | 25,8473 | 95,41 | 67,23 |
| | 300 | 1 | 10 | 26,7287 | 98,67 | 78,92 |
| | 450 | 1 | 10 | 24,6099 | 90,84 | 64,01 |
| | 600 | 1 | 10 | 19,6236 | 72,44 | 51,04 |
| | 300 | 1 | 10 | 26,7287 | 98,67 | 78,92 |
| | 300 | 2 | 10 | 26,9655 | 99,54 | 79,62 |
| | 300 | 3 | 10 | 27,0582 | 99,88 | 79,89 |
| | 300 | 4 | 10 | 26,9625 | 99,53 | 79,61 |
| | 300 | 5 | 10 | 26,4250 | 97,55 | 78,02 |
| | 300 | 1 | 2 | 26,7509 | 98,75 | 53,58 |

| | | | | | |
|-----|---|----|---------|-------|-------|
| 300 | 1 | 6 | 26,7367 | 98,70 | 66,85 |
| 300 | 1 | 10 | 26,7287 | 98,67 | 78,92 |
| 300 | 1 | 20 | 25,7450 | 95,04 | 76,43 |
| 300 | 1 | 30 | 25,2209 | 93,10 | 76,28 |
| 150 | 1 | 20 | 23,8289 | 87,96 | 70,36 |
| 150 | 3 | 30 | 23,6155 | 87,17 | 69,73 |
| 150 | 5 | 20 | 24,1929 | 89,31 | 71,43 |
| 150 | 3 | 10 | 26,5234 | 97,91 | 78,31 |
| 300 | 3 | 20 | 26,4620 | 97,68 | 78,13 |
| 300 | 5 | 30 | 25,7451 | 95,04 | 76,02 |
| 300 | 5 | 10 | 26,4250 | 97,55 | 78,02 |
| 450 | 3 | 10 | 24,8905 | 91,88 | 73,49 |
| 450 | 3 | 30 | 24,7740 | 91,45 | 73,15 |
| 450 | 1 | 20 | 24,7243 | 91,27 | 73,00 |
| 450 | 5 | 20 | 25,7715 | 95,13 | 76,09 |

Tabel B.4.3 Hasil Perhiungan *Yield* Biodiesel pada Berbagai Katalis CaCO₃ Komersial

| Jenis | Power (W) | Concent (%) | Time (min) | M.Bio (gram) | Yield Massa (%) | Yield FAME (%) |
|---------------------------------------|--------------|----------------|---------------|-----------------|--------------------|-------------------|
| CaCO₃ Komersial | 150 | 1 | 10 | 25,3021 | 93,40 | 54,76 |
| | 300 | 1 | 10 | 23,2726 | 85,91 | 53,89 |
| | 450 | 1 | 10 | 19,3932 | 71,59 | 41,97 |
| | 600 | 1 | 10 | 15,9405 | 58,84 | 34,50 |
| | 300 | 1 | 10 | 23,2726 | 85,91 | 53,89 |
| | 300 | 2 | 10 | 24,1790 | 89,25 | 55,99 |
| | 300 | 3 | 10 | 24,8030 | 91,56 | 57,44 |
| | 300 | 4 | 10 | 24,3856 | 90,02 | 56,47 |
| | 300 | 5 | 10 | 23,2319 | 85,76 | 53,80 |
| | 300 | 1 | 2 | 23,9235 | 88,31 | 35,20 |
| | 300 | 1 | 6 | 23,4099 | 86,42 | 44,29 |
| | 300 | 1 | 10 | 23,2726 | 85,91 | 53,89 |
| | 300 | 1 | 20 | 22,6660 | 83,67 | 52,82 |
| | 300 | 1 | 30 | 21,6561 | 79,94 | 51,41 |
| | 150 | 1 | 20 | 24,2411 | 89,48 | 56,14 |

| | | | | | | |
|--|-----|---|----|---------|-------|-------|
| | 150 | 3 | 30 | 24,0433 | 88,75 | 55,68 |
| | 150 | 5 | 20 | 19,6447 | 72,52 | 45,49 |
| | 150 | 3 | 10 | 24,3379 | 89,84 | 56,36 |
| | 300 | 3 | 20 | 23,3587 | 86,23 | 54,09 |
| | 300 | 5 | 30 | 20,2505 | 74,75 | 46,90 |
| | 300 | 5 | 10 | 23,2319 | 85,76 | 53,80 |
| | 450 | 3 | 10 | 23,8720 | 88,12 | 55,28 |
| | 450 | 3 | 30 | 23,8245 | 87,95 | 55,17 |
| | 450 | 1 | 20 | 17,7940 | 65,68 | 41,21 |
| | 450 | 5 | 20 | 22,7599 | 84,02 | 52,71 |

Tabel B.4.4 Hasil Perhiungan *Yield* Biodiesel pada Berbagai Katalis CaCO_3 Kulit Telur

| Jenis | Power (W) | Concent (%) | Time (min) | M.Bio (gram) | Yield Massa (%) | Yield FAME (%) |
|---|--------------|----------------|---------------|-----------------|--------------------|-------------------|
| CaCO₃ Kulit Telur | 150 | 1 | 10 | 25,8863 | 95,56 | 62,42 |
| | 300 | 1 | 10 | 26,3338 | 97,21 | 65,36 |
| | 450 | 1 | 10 | 26,8638 | 99,16 | 64,78 |

| | | | | | |
|-----|---|----|---------|-------|-------|
| 600 | 1 | 10 | 26,5139 | 97,87 | 63,93 |
| 300 | 1 | 10 | 26,3338 | 97,21 | 65,36 |
| 300 | 2 | 10 | 25,4104 | 93,80 | 63,07 |
| 300 | 3 | 10 | 24,7184 | 91,25 | 61,35 |
| 300 | 4 | 10 | 24,5787 | 90,73 | 61,00 |
| 300 | 5 | 10 | 23,9121 | 88,27 | 59,35 |
| 300 | 1 | 2 | 26,4500 | 97,64 | 40,81 |
| 300 | 1 | 6 | 26,1326 | 96,47 | 50,90 |
| 300 | 1 | 10 | 26,3338 | 97,21 | 65,36 |
| 300 | 1 | 20 | 25,8471 | 95,41 | 63,99 |
| 300 | 1 | 30 | 26,3861 | 97,40 | 65,60 |
| 150 | 1 | 20 | 25,5860 | 94,45 | 63,50 |
| 150 | 3 | 30 | 22,6808 | 83,72 | 56,29 |
| 150 | 5 | 20 | 26,1051 | 96,36 | 64,79 |
| 150 | 3 | 10 | 24,7951 | 91,53 | 61,54 |
| 300 | 3 | 20 | 24,2865 | 89,65 | 60,28 |

| | | | | | | |
|--|-----|---|----|---------|-------|-------|
| | 300 | 5 | 30 | 24,4615 | 90,30 | 60,71 |
| | 300 | 5 | 10 | 23,9121 | 88,27 | 59,35 |
| | 450 | 3 | 10 | 25,4825 | 94,07 | 63,25 |
| | 450 | 3 | 30 | 22,5995 | 83,42 | 56,09 |
| | 450 | 1 | 20 | 25,2935 | 93,37 | 62,78 |
| | 450 | 5 | 20 | 23,4609 | 86,60 | 58,23 |

Tabel B.4.5 Hasil Perhitungan Densitas Biodiesel pada Berbagai Katalis CaO

| Jenis Katalis | | | CaO Komersial | | CaO Kulit Telur | |
|---------------|----------------|---------------|-----------------|--------------------|-----------------|--------------------|
| Power (W) | Concent (%) | Time (min) | M.Bio (gram) | Densitas (g/ml) | M.Bio (gram) | Densitas (g/ml) |
| 150 | 1 | 20 | 4,5753 | 0,8914 | 4,6011 | 0,8964 |
| 150 | 3 | 30 | 4,5347 | 0,8835 | 4,5691 | 0,8902 |
| 150 | 5 | 20 | 4,5896 | 0,8942 | 4,5599 | 0,8884 |

| | | | | | | |
|-----|---|----|--------|--------|--------|--------|
| 150 | 3 | 10 | 4,5559 | 0,8876 | 4,5700 | 0,8904 |
| 300 | 3 | 20 | 4,5567 | 0,8878 | 4,5642 | 0,8893 |
| 300 | 1 | 30 | 4,5730 | 0,8910 | 4,5636 | 0,8891 |
| 300 | 1 | 10 | 4,5738 | 0,8911 | 4,5652 | 0,8895 |
| 300 | 5 | 30 | 4,5888 | 0,8941 | 4,5767 | 0,8917 |
| 300 | 5 | 10 | 4,5927 | 0,8948 | 4,5765 | 0,8917 |
| 450 | 3 | 10 | 4,5798 | 0,8923 | 4,5781 | 0,8920 |
| 450 | 3 | 30 | 4,5665 | 0,8897 | 4,5728 | 0,8909 |
| 450 | 1 | 20 | 4,5760 | 0,8915 | 4,5634 | 0,8891 |
| 450 | 5 | 20 | 4,5785 | 0,8920 | 4,5722 | 0,8908 |
| 300 | 1 | 2 | 4,5927 | 0,8948 | 4,5800 | 0,8923 |
| 300 | 1 | 6 | 4,5829 | 0,8929 | 4,5688 | 0,8901 |
| 300 | 1 | 20 | 4,5709 | 0,8906 | 4,5635 | 0,8891 |

Tabel B.4.6 Hasil Perhitungan Densitas Biodiesel pada Berbagai Katalis CaCO_3

| Jenis Katalis | | | CaCO_3 Komersial | | CaCO_3 Kulit Telur | |
|---------------|----------------|---------------|------------------------------|--------------------|-----------------------------|--------------------|
| Power (W) | Concent (%) | Time (min) | M.Bio (gram) | Densitas (g/ml) | M.Bio (gram) | Densitas (g/ml) |
| 150 | 1 | 20 | 4,6198 | 0,9001 | 4,6164 | 0,8994 |
| 150 | 3 | 30 | 4,6133 | 0,8988 | 4,6144 | 0,8990 |
| 150 | 5 | 20 | 4,6233 | 0,9008 | 4,6120 | 0,8986 |
| 150 | 3 | 10 | 4,6279 | 0,9017 | 4,6150 | 0,8992 |
| 300 | 3 | 20 | 4,6214 | 0,9004 | 4,6039 | 0,8970 |
| 300 | 1 | 30 | 4,6115 | 0,8985 | 4,6070 | 0,8976 |
| 300 | 1 | 10 | 4,6303 | 0,9021 | 4,6321 | 0,9025 |
| 300 | 5 | 30 | 4,6274 | 0,9016 | 4,6032 | 0,8969 |
| 300 | 5 | 10 | 4,6327 | 0,9026 | 4,6041 | 0,8970 |
| 450 | 3 | 10 | 4,6185 | 0,8998 | 4,6256 | 0,9012 |
| 450 | 3 | 30 | 4,6089 | 0,8980 | 4,5968 | 0,8956 |
| 450 | 1 | 20 | 4,6320 | 0,9025 | 4,5960 | 0,8955 |
| 450 | 5 | 20 | 4,6214 | 0,9004 | 4,6133 | 0,8988 |

| | | | | | | |
|-----|---|----|--------|--------|--------|--------|
| 300 | 1 | 2 | 4,6295 | 0,9020 | 4,6319 | 0,9024 |
| 300 | 1 | 6 | 4,6250 | 0,9011 | 4,6256 | 0,9012 |
| 300 | 1 | 20 | 4,6185 | 0,8998 | 4,6156 | 0,8993 |

Tabel B.4.7 Hasil Perhitungan Viskositas Biodiesel pada Berbagai Katalis Basa Heterogen

| Jenis Katalis | Power (W) | Time (min) | Concent (%) | t.s (s) | rho (g/ml) | Viskos (cP) | Viskos (cSt) |
|----------------------|------------------|-------------------|--------------------|----------------|-------------------|--------------------|---------------------|
| CaO Komersial | 150 | 10 | 3 | 76,21 | 0,8876 | 9,9977 | 11,2632 |
| | 150 | 30 | 3 | 70,23 | 0,8835 | 9,1703 | 10,3794 |
| | 300 | 2 | 1 | 78,84 | 0,8948 | 10,4267 | 11,6524 |
| | 300 | 6 | 1 | 59,41 | 0,8929 | 7,8400 | 8,7803 |
| | 300 | 10 | 1 | 43,76 | 0,8911 | 5,7637 | 6,4679 |
| | 300 | 20 | 1 | 40,59 | 0,8906 | 5,3428 | 5,9994 |
| | 300 | 30 | 1 | 35,35 | 0,8910 | 4,6544 | 5,2240 |
| | 300 | 20 | 3 | 38,23 | 0,8878 | 5,0162 | 5,6501 |
| | 300 | 10 | 4 | 50,14 | 0,8937 | 6,6218 | 7,4098 |

| | | | | | | | |
|--------------------------------|-----|----|---|-------|--------|--------|---------|
| | 300 | 20 | 4 | 46,47 | 0,8907 | 6,1177 | 6,8684 |
| | 300 | 60 | 4 | 40,53 | 0,8893 | 5,3274 | 5,9905 |
| | 450 | 30 | 1 | 51,49 | 0,8925 | 6,7921 | 7,6103 |
| | 450 | 30 | 2 | 50,73 | 0,8925 | 6,6923 | 7,4980 |
| | 450 | 30 | 3 | 49,82 | 0,8897 | 6,5514 | 7,3635 |
| | 450 | 10 | 4 | 64,07 | 0,8931 | 8,4566 | 9,4686 |
| | 450 | 60 | 4 | 52,61 | 0,8891 | 6,9138 | 7,7758 |
| CaO Kulit Telur | 150 | 30 | 3 | 70,94 | 0,8902 | 9,3338 | 10,4849 |
| | 150 | 20 | 5 | 72,97 | 0,8884 | 9,5811 | 10,7844 |
| | 300 | 2 | 1 | 74,75 | 0,8923 | 9,8580 | 11,0475 |
| | 300 | 6 | 1 | 54,16 | 0,8901 | 7,1256 | 8,0049 |
| | 300 | 10 | 1 | 40,40 | 0,8895 | 5,3112 | 5,9713 |
| | 300 | 20 | 1 | 39,98 | 0,8891 | 5,2541 | 5,9092 |
| | 300 | 30 | 1 | 38,57 | 0,8891 | 5,0684 | 5,7003 |
| | 300 | 20 | 3 | 46,33 | 0,8893 | 6,0894 | 6,8477 |
| | 450 | 20 | 1 | 46,00 | 0,8891 | 6,0440 | 6,7979 |

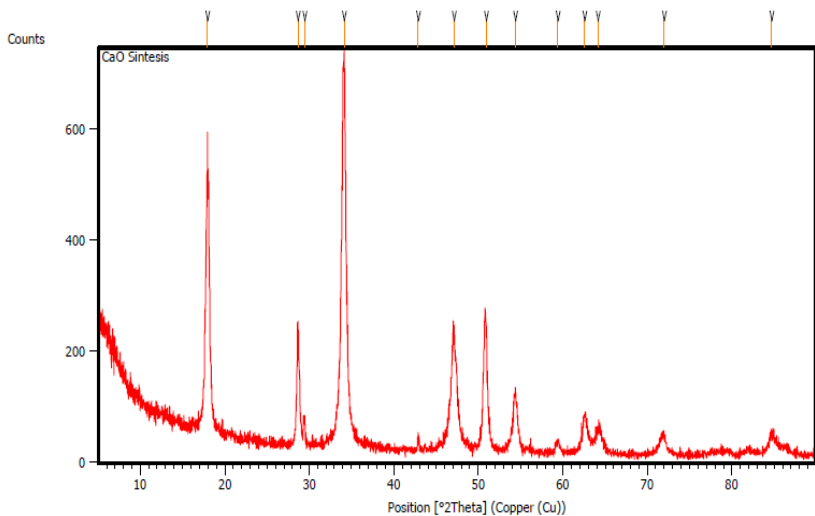
| | | | | | | | |
|---|-----|----|---|--------|--------|---------|---------|
| CaCO₃ Komersial | 150 | 20 | 1 | 82,17 | 0,9001 | 10,9308 | 12,1441 |
| | 150 | 30 | 3 | 78,19 | 0,8988 | 10,3862 | 11,5554 |
| | 300 | 2 | 1 | 105,48 | 0,9020 | 14,0607 | 15,5886 |
| | 300 | 6 | 1 | 80,33 | 0,9011 | 10,6980 | 11,8721 |
| | 300 | 10 | 1 | 61,04 | 0,9021 | 8,1383 | 9,0212 |
| | 300 | 20 | 1 | 60,47 | 0,8998 | 8,0418 | 8,9370 |
| | 300 | 30 | 1 | 58,78 | 0,8985 | 7,8048 | 8,6867 |
| | 450 | 10 | 3 | 62,65 | 0,8998 | 8,3322 | 9,2597 |
| | 450 | 30 | 3 | 62,14 | 0,8980 | 8,2471 | 9,1843 |
| | 450 | 10 | 4 | 73,29 | 0,9003 | 9,7513 | 10,8312 |
| CaCO₃ Kulit Telur | 300 | 2 | 1 | 100,71 | 0,9024 | 13,4321 | 14,8842 |
| | 300 | 6 | 1 | 77,48 | 0,9012 | 10,3194 | 11,4504 |
| | 300 | 10 | 1 | 54,81 | 0,9025 | 7,3101 | 8,1000 |
| | 300 | 20 | 1 | 55,03 | 0,8993 | 7,3142 | 8,1335 |
| | 300 | 30 | 1 | 54,66 | 0,8976 | 7,2515 | 8,0788 |
| | 300 | 20 | 3 | 54,93 | 0,8970 | 7,2824 | 8,1187 |

| | | | | | | | |
|--|-----|----|---|-------|--------|--------|--------|
| | 300 | 30 | 5 | 55,50 | 0,8969 | 7,3569 | 8,2030 |
| | 450 | 20 | 1 | 55,64 | 0,8955 | 7,3639 | 8,2236 |
| | 450 | 30 | 3 | 62,16 | 0,8956 | 8,2281 | 9,1873 |
| | 450 | 10 | 4 | 66,26 | 0,8976 | 8,7904 | 9,7932 |

APPENDIKS C HASIL ANALISIS

C.1 Hasil Analisis XRD untuk Katalis CaO Komersial

Main Graphics, Analyze View: (Bookmark 2)



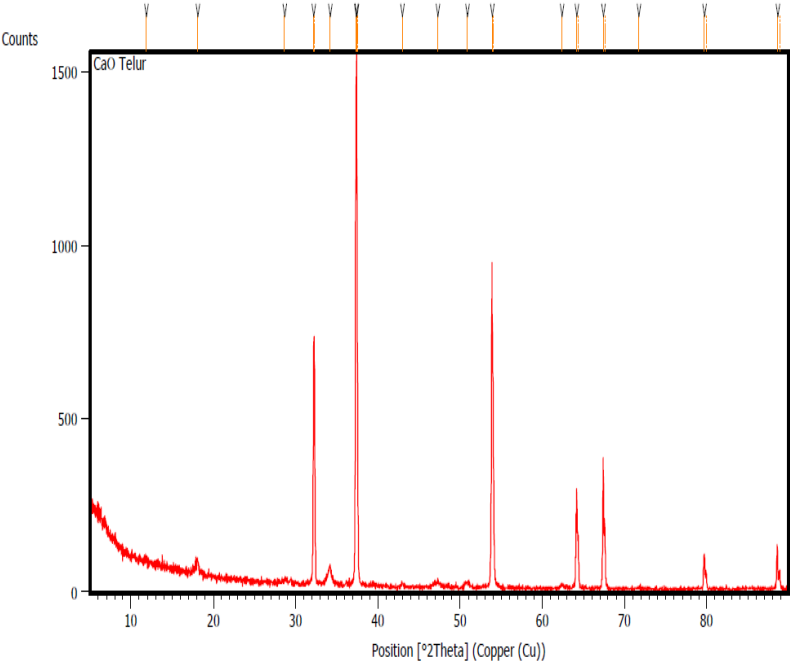
Peak List: (Bookmark 3)

| Pos. [°2Th.] | Height [cts] | FWHM Left [°2Th.] | d-spacing [Å] | Rel. Int. [%] |
|-----------------|-----------------|----------------------|------------------|------------------|
| 17.9294 | 477.18 | 0.3346 | 4.94744 | 70.98 |
| 28.6352 | 210.76 | 0.2007 | 3.11746 | 31.35 |
| 29.4355 | 50.17 | 0.2007 | 3.03450 | 7.46 |
| 34.1404 | 672.25 | 0.3346 | 2.62631 | 100.00 |
| 42.8668 | 25.01 | 0.1673 | 2.10973 | 3.72 |
| 47.1279 | 199.35 | 0.1673 | 1.92844 | 29.65 |

| | | | | |
|---------|--------|--------|---------|-------|
| 50.9182 | 218.74 | 0.2676 | 1.79343 | 32.54 |
| 54.3479 | 101.00 | 0.4684 | 1.68808 | 15.02 |
| 59.4160 | 19.13 | 0.5353 | 1.55563 | 2.85 |
| 62.5649 | 62.93 | 0.3346 | 1.48469 | 9.36 |
| 64.1923 | 41.99 | 0.5353 | 1.45093 | 6.25 |
| 71.9972 | 32.08 | 0.4015 | 1.31164 | 4.77 |
| 84.7189 | 28.87 | 0.6691 | 1.14420 | 4.30 |

C.2 Hasil Analisis XRD untuk Katalis CaO Kulit Telur

Main Graphics, Analyze View: (Bookmark 2)

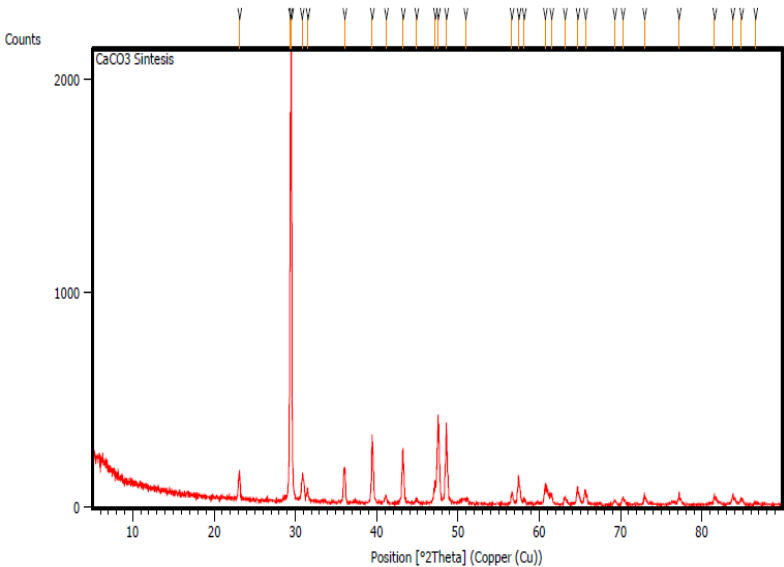


Peak List: (Bookmark 3)

| Pos. [°2Th.] | Height [cts] | FWHM Left [°2Th.] | d-spacing [Å] | Rel. Int. [%] |
|-----------------|-----------------|----------------------|------------------|------------------|
| 11.8682 | 7.87 | 0.4015 | 7.45698 | 0.52 |
| 18.0721 | 41.42 | 0.2676 | 4.90867 | 2.74 |
| 28.6714 | 11.60 | 0.4015 | 3.11360 | 0.77 |
| 32.2027 | 660.16 | 0.1224 | 2.77748 | 43.75 |
| 32.2951 | 617.18 | 0.0816 | 2.77663 | 40.90 |
| 34.1552 | 54.54 | 0.4080 | 2.62304 | 3.61 |
| 37.3192 | 1154.22 | 0.1020 | 2.40760 | 76.48 |
| 37.4206 | 1509.10 | 0.0612 | 2.40130 | 100.00 |
| 37.5260 | 754.52 | 0.0612 | 2.40075 | 50.00 |
| 42.9639 | 13.11 | 0.3264 | 2.10345 | 0.87 |
| 47.2692 | 13.29 | 1.1424 | 1.92141 | 0.88 |
| 50.8332 | 15.83 | 0.6528 | 1.79474 | 1.05 |
| 53.8604 | 923.51 | 0.1020 | 1.70080 | 61.20 |
| 54.0189 | 579.74 | 0.0816 | 1.70039 | 38.42 |
| 62.3549 | 9.85 | 0.6528 | 1.48795 | 0.65 |
| 64.1781 | 284.78 | 0.1428 | 1.45001 | 18.87 |
| 64.3465 | 155.38 | 0.0816 | 1.45022 | 10.30 |
| 67.3907 | 373.87 | 0.1020 | 1.38848 | 24.77 |
| 67.5755 | 194.13 | 0.1428 | 1.38858 | 12.86 |
| 71.7109 | 2.92 | 0.9792 | 1.31508 | 0.19 |
| 79.6567 | 99.58 | 0.1428 | 1.20267 | 6.60 |
| 79.9197 | 44.38 | 0.1224 | 1.20235 | 2.94 |
| 88.5743 | 109.36 | 0.1428 | 1.10318 | 7.25 |
| 88.8466 | 55.47 | 0.1428 | 1.10323 | 3.68 |

C.3 Hasil Analisis XRD untuk Katalis CaCO₃ Komersial

Main Graphics, Analyze View: (Bookmark 2)



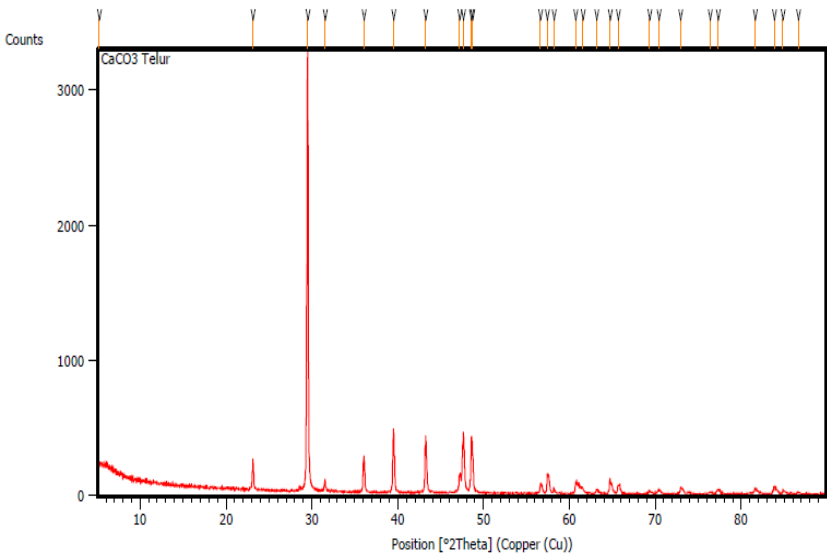
Peak List: (Bookmark 3)

| Pos. [°2Th.] | Height [cts] | FWHM Left [°2Th.] | d-spacing [Å] | Rel. Int. [%] |
|-----------------|-----------------|----------------------|------------------|------------------|
| 23.1519 | 113.72 | 0.2342 | 3.84188 | 5.58 |
| 29.3998 | 1812.70 | 0.0612 | 3.03559 | 88.87 |
| 29.4983 | 2039.63 | 0.1004 | 3.02818 | 100.00 |
| 30.8142 | 96.99 | 0.3346 | 2.90179 | 4.76 |
| 31.5051 | 54.38 | 0.2342 | 2.83972 | 2.67 |
| 36.0713 | 159.92 | 0.1004 | 2.49004 | 7.84 |
| 39.4331 | 275.06 | 0.1171 | 2.28516 | 13.49 |
| 41.1381 | 31.48 | 0.1673 | 2.19430 | 1.54 |

| | | | | |
|---------|--------|--------|---------|-------|
| 43.2234 | 247.03 | 0.1171 | 2.09315 | 12.11 |
| 44.9085 | 19.75 | 0.2007 | 2.01845 | 0.97 |
| 47.1623 | 95.43 | 0.1673 | 1.92711 | 4.68 |
| 47.5533 | 390.40 | 0.0836 | 1.91218 | 19.14 |
| 48.5621 | 362.17 | 0.1004 | 1.87479 | 17.76 |
| 50.9554 | 18.41 | 0.9368 | 1.79221 | 0.90 |
| 56.6402 | 58.44 | 0.2007 | 1.62509 | 2.87 |
| 57.4505 | 127.06 | 0.1004 | 1.60408 | 6.23 |
| 58.1213 | 24.20 | 0.1673 | 1.58716 | 1.19 |
| 60.7198 | 89.53 | 0.1338 | 1.52531 | 4.39 |
| 61.5094 | 40.90 | 0.2007 | 1.50761 | 2.01 |
| 63.1735 | 31.71 | 0.2676 | 1.47185 | 1.55 |
| 64.7089 | 74.56 | 0.2342 | 1.44058 | 3.66 |
| 65.6914 | 63.64 | 0.1004 | 1.42140 | 3.12 |
| 69.2291 | 16.64 | 0.2676 | 1.35716 | 0.82 |
| 70.2899 | 36.80 | 0.2007 | 1.33925 | 1.80 |
| 72.8997 | 42.80 | 0.1338 | 1.29761 | 2.10 |
| 77.1832 | 53.06 | 0.1224 | 1.23492 | 2.60 |
| 81.5613 | 44.57 | 0.1338 | 1.18031 | 2.19 |
| 83.8057 | 43.86 | 0.1224 | 1.15337 | 2.15 |
| 84.8501 | 27.96 | 0.4015 | 1.14276 | 1.37 |
| 86.6009 | 5.68 | 0.5353 | 1.12410 | 0.28 |

C.4 Hasil Analisis XRD untuk Katalis CaCO₃ Kulit Telur

Main Graphics, Analyze View: (Bookmark 2)

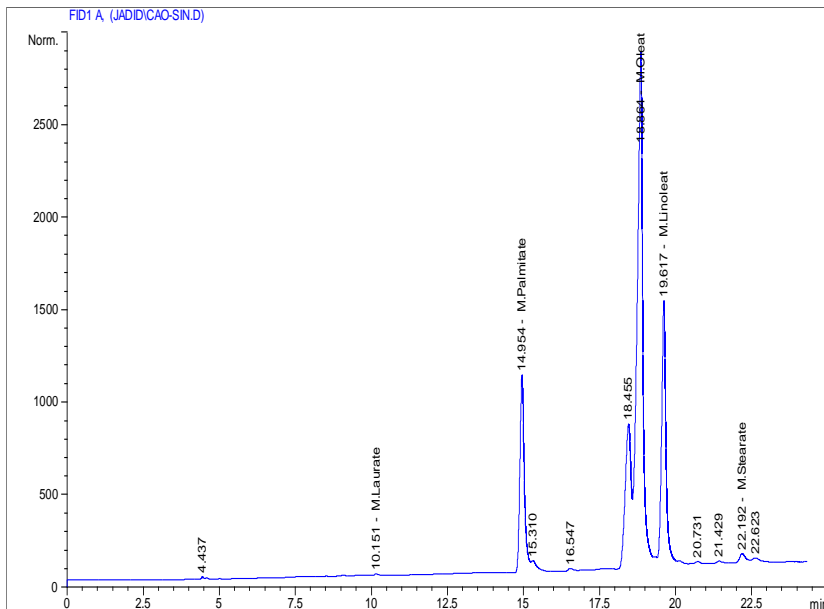


Peak List: (Bookmark 3)

| Pos. [°2Th.] | Height [cts] | FWHM Left [°2Th.] | d-spacing [Å] | Rel. Int. [%] |
|-----------------|-----------------|----------------------|------------------|------------------|
| 5.2603 | 53.40 | 0.4015 | 16.80025 | 1.64 |
| 23.1324 | 223.80 | 0.0836 | 3.84507 | 6.87 |
| 29.5023 | 3257.56 | 0.1338 | 3.02778 | 100.00 |
| 31.5327 | 73.59 | 0.2007 | 2.83730 | 2.26 |
| 36.0456 | 265.23 | 0.1338 | 2.49175 | 8.14 |
| 39.5372 | 425.55 | 0.1840 | 2.27938 | 13.06 |
| 43.2250 | 358.38 | 0.1004 | 2.09308 | 11.00 |
| 47.1680 | 130.04 | 0.0669 | 1.92689 | 3.99 |

| | | | | |
|---------|--------|--------|---------|-------|
| 47.6406 | 443.45 | 0.0669 | 1.90888 | 13.61 |
| 48.5730 | 402.07 | 0.0816 | 1.87284 | 12.34 |
| 48.6839 | 372.29 | 0.1004 | 1.87038 | 11.43 |
| 56.6336 | 74.93 | 0.1673 | 1.62526 | 2.30 |
| 57.4197 | 119.02 | 0.1004 | 1.60487 | 3.65 |
| 58.1790 | 39.79 | 0.1338 | 1.58572 | 1.22 |
| 60.7276 | 77.67 | 0.1171 | 1.52513 | 2.38 |
| 61.5560 | 40.31 | 0.2007 | 1.50658 | 1.24 |
| 63.1654 | 29.48 | 0.2676 | 1.47202 | 0.90 |
| 64.7160 | 115.59 | 0.0612 | 1.43925 | 3.55 |
| 65.6452 | 56.36 | 0.1673 | 1.42229 | 1.73 |
| 69.3337 | 18.88 | 0.4684 | 1.35537 | 0.58 |
| 70.4077 | 31.60 | 0.3346 | 1.33730 | 0.97 |
| 72.9549 | 44.11 | 0.1338 | 1.29677 | 1.35 |
| 76.3894 | 14.89 | 0.3346 | 1.24679 | 0.46 |
| 77.2771 | 32.41 | 0.3346 | 1.23467 | 0.99 |
| 81.6315 | 38.18 | 0.1673 | 1.17947 | 1.17 |
| 83.8130 | 52.94 | 0.1338 | 1.15424 | 1.63 |
| 84.8877 | 25.26 | 0.2007 | 1.14235 | 0.78 |
| 86.6649 | 11.43 | 0.4015 | 1.12344 | 0.35 |

C.5 Hasil Analisis *Gas Chromatography* (GC) pada Produk Biodiesel dengan Katalis CaO komersial 1%, Daya 300 Watt, dan Waktu 10 Menit



Data File C:\HPCHEM\1\DATA\JADID\CAO-SIN.D Sample

Name: CAO-SINTETIS

Instrument 1 1/2/2002 1:15:58 AM

HP-INNOWAXuL

=====
Injection Date : 1/2/2002 12:36:42 AM

Sample Name : CAO-SINTETIS

Vial : 1

Acq. Operator :

Inj : 1

Inj Volume : Manually

Acq. Method : C:\HPCHEM\1\METHODS\FAMEINOX.M

Last changed : 1/1/2002 11:09:19 PM

(modified after loading)
 Analysis Method : C:\HPCHEM\1\METHODS\FAMEINOX.M
 Last changed : 1/2/2002 1:15:51 AM
 (modified after loading)

External Standard Report (Sample Amount is 0!)

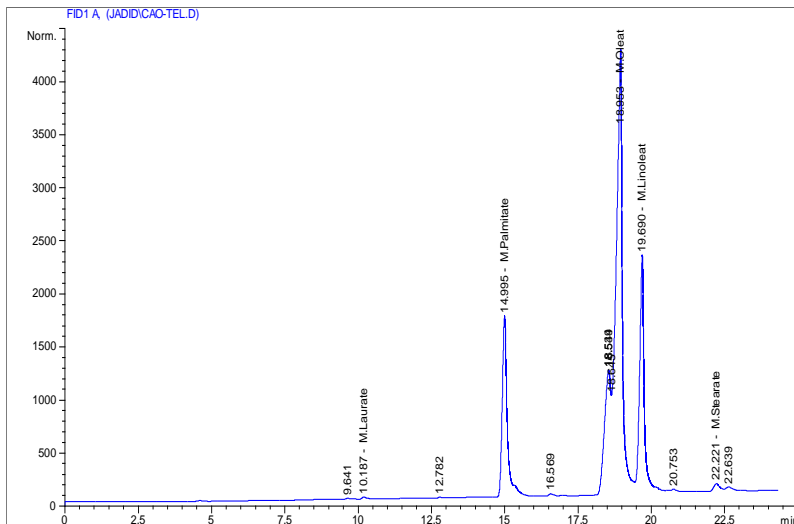
Sorted By : Signal
 Calib. Data Modified : 6/6/2018 12:50:37 AM
 Multiplier : 1.0000
 Dilution : 1.0000

Signal 1: FID1 A,

| RetTime [min] | Type | Area [pA*s] | Amt/Area [(mg/L)] | Amount | Grp Name |
|------------------|------|----------------|----------------------|------------|--------------|
| 5.091 | - | - | - | | M.Hexanoate |
| 6.381 | - | - | - | | M.Octanoate |
| 7.699 | - | - | - | | M.Nonanoate |
| 10.151 | PB + | 39.79360 | 9.60745 | 382.31501 | M.Laurate |
| 11.522 | - | - | - | | M.Myristate |
| 14.954 | PB + | 1.00463e4 | 1.23206 | 1.23776e4 | M.Palmitate |
| 18.864 | VB + | 3.46223e4 | 1.29677 | 4.48973e4 | M.Oleat |
| 19.617 | PB + | 1.32578e4 | 3.18527e-1 | 4222.96394 | M.Linoleat |
| 22.192 | BV + | 652.70184 | 4.45439e-1 | 290.73904 | M.Stearate |
| 26.717 | - | - | - | | M.Arachidate |
| Totals : | | | 6.21709e4 | | |

*** End of Report ***

C.6 Hasil Analisis *Gas Chromatography* (GC) pada Produk Biodiesel dengan Katalis CaO telur 1%, Daya 300 Watt, dan Waktu 10 Menit



Data File C:\HPCHEM\1\DATA\JADID\CAO-TEL.D Sample

Name: CAO-TELUR

Instrument 1 1/2/2002 1:41:52 AM

HP-INNOWAXuL

Injection Date : 1/2/2002 1:11:45 AM

Sample Name : CAO-TELUR

Vial : 1

Acq. Operator :

Inj : 1

Inj Volume : Manually

Acq. Method : C:\HPCHEM\1\METHODS\FAMEINOX.M

Last changed : 1/2/2002 1:15:51 AM

(modified after loading)

Analysis Method : C:\HPCHEM\1\METHODS\FAMEINOX.M

Last changed : 1/2/2002 1:41:49 AM
(modified after loading)

External Standard Report (Sample Amount is 0!)

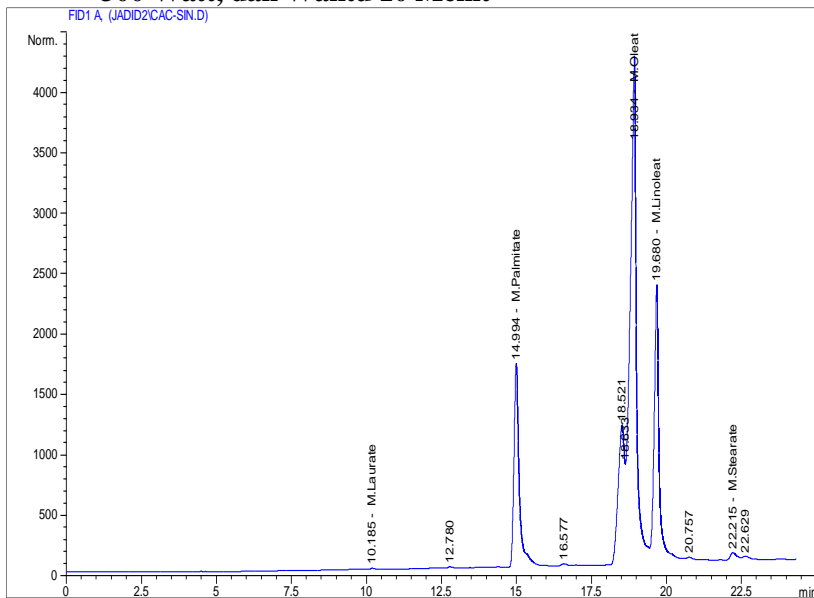
Sorted By : Signal
Calib. Data Modified : 6/6/2018 12:50:37 AM
Multiplier : 1.0000
Dilution : 1.0000

Signal 1: FID1 A,

| RetTime | Type | Area | Amt/Area | Amount | Grp | Name |
|----------|------|-----------|------------|------------|-----|--------------|
| [min] | | [pA*s] | [(mg/L)] | | | |
| 5.091 | - | - | - | | | M.Hexanoate |
| 6.381 | - | - | - | | | M.Octanoate |
| 7.699 | - | - | - | | | M.Nonanoate |
| 10.187 | PB + | 153.99326 | 3.55950 | 548.13940 | | M.Laurate |
| 11.522 | - | - | - | | | M.Myristate |
| 14.995 | PB + | 1.73587e4 | 1.21324 | 2.10603e4 | | M.Palmitate |
| 18.953 | VB + | 6.10394e4 | 1.29671 | 7.91503e4 | | M.Oleat |
| 19.690 | BB + | 2.25730e4 | 3.20441e-1 | 7233.30441 | | M.Linoleat |
| 22.221 | BV + | 966.12610 | 4.58132e-1 | 442.61346 | | M.Stearate |
| 26.717 | - | - | - | | | M.Arachidate |
| Totals : | | | 1.08435e5 | | | |

*** End of Report ***

C.7 Hasil Analisis *Gas Chromatography* (GC) pada Produk Biodiesel dengan Katalis CaCO_3 komersial 1%, Daya 300 Watt, dan Waktu 10 Menit



Data File C:\HPCHEM\1\DATA\JADID2\CAC-SIN.D Sample

Name:CACO3-SINTETIS

Instrument 1 1/6/2002 4:57:16 PM

HP-INNOWAX

Injection Date : 1/6/2002 4:32:54 PM

Sample Name : CACO3-SINTETIS

Vial : 1

Acq. Operator :

Inj : 1

Inj Volume : Manually

Method : C:\HPCHEM\1\METHODS\FAMEINOX.M

Last changed : 1/6/2002 3:50:20 PM

(modified after loading)

External Standard Report (Sample Amount is 0!)

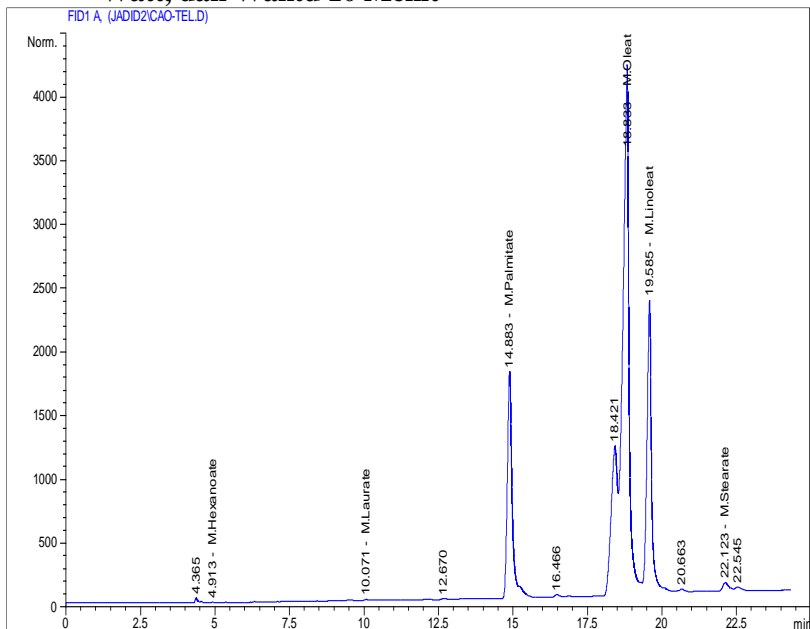
Sorted By : Signal
 Calib. Data Modified : 6/6/2018 12:50:37 AM
 Multiplier : 1.0000
 Dilution : 1.0000

Signal 1: FID1 A,

| RetTime [min] | Type | Area [pA*s] | Amt/Area [(mg/L)] | Amount | Grp | Name |
|------------------|------|----------------|----------------------|------------|-----|--------------|
| 5.091 | - | - | - | | | M.Hexanoate |
| 6.381 | - | - | - | | | M.Octanoate |
| 7.699 | - | - | - | | | M.Nonanoate |
| 10.185 | BB + | 50.84922 | 7.83431 | 398.36840 | | M.Laurate |
| 11.522 | - | - | - | | | M.Myristate |
| 14.994 | BB + | 2.04785e4 | 1.20930 | 2.47647e4 | | M.Palmitate |
| 18.934 | VB + | 6.05888e4 | 1.29671 | 7.85660e4 | | M.Oleat |
| 19.680 | BB + | 2.32943e4 | 3.20525e-1 | 7466.40769 | | M.Linoleat |
| 22.215 | BV + | 854.85150 | 4.54691e-1 | 388.69369 | | M.Stearate |
| 26.717 | - | - | - | | | M.Arachidate |
| Totals : | | | 1.11584e5 | | | |

*** End of Report ***

C.8 Hasil Analisis *Gas Chromatography* (GC) pada Produk Biodiesel dengan Katalis CaCO_3 telur 1%, Daya 300 Watt, dan Waktu 10 Menit



Data File C:\HPCHEM\1\DATA\JADID2\CAO-TEL.D Sample Name: CAO-TELUR

Instrument 1 1/6/2002 4:17:25 PM

HP-INNOWAX

Injection Date : 1/6/2002 3:53:01 PM

Sample Name : CAO-TELUR

Vial : 1

Acq. Operator :

Inj : 1

Inj Volume : Manually

Method : C:\HPCHEM\1\METHODS\FAMEINOX.M

Last changed : 1/6/2002 3:50:20 PM

(modified after loading)

External Standard Report (Sample Amount is 0!)

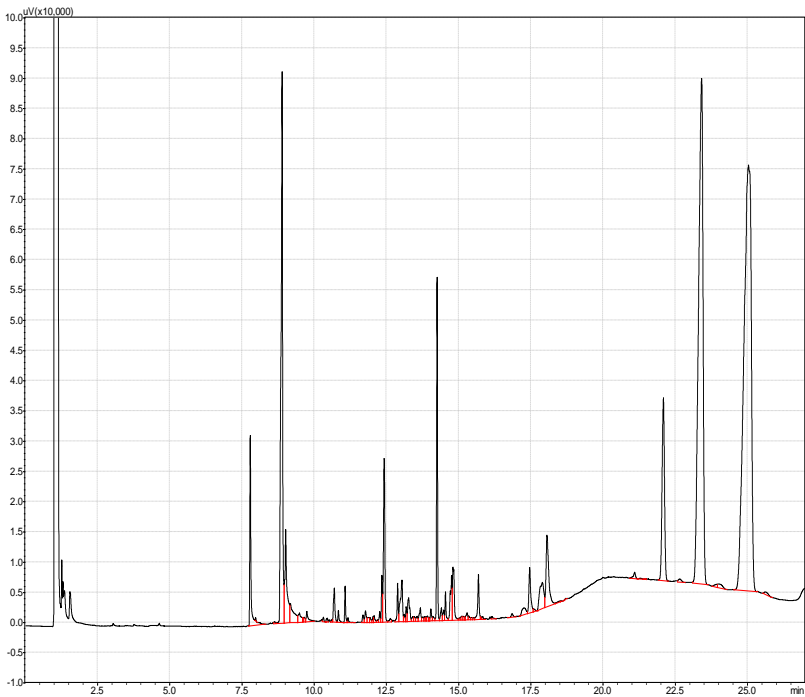
Sorted By : Signal
Calib. Data Modified : 6/6/2018 12:50:37 AM
Multiplier : 1.0000
Dilution : 1.0000

Signal 1: FID1 A,

| RetTime [min] | Type | Area [pA*s] | Amt/Area [(mg/L)] | Amount | Grp | Name |
|------------------|------|----------------|----------------------|------------|-----|--------------|
| 4.913 | PB + | 16.11722 | 34.04501 | 548.71084 | | M.Hexanoate |
| 6.381 | - | - | - | | | M.Octanoate |
| 7.699 | - | - | - | | | M.Nonanoate |
| 10.071 | PB + | 44.71860 | 8.70927 | 389.46638 | | M.Laurate |
| 11.522 | - | - | - | | | M.Myristate |
| 14.883 | PB + | 1.77272e4 | 1.21271 | 2.14979e4 | | M.Palmitate |
| 18.833 | VB + | 5.62025e4 | 1.29672 | 7.28787e4 | | M.Oleat |
| 19.585 | PP + | 2.17871e4 | 3.20343e-1 | 6979.34818 | | M.Linoleat |
| 22.123 | BV + | 906.64050 | 4.56398e-1 | 413.78883 | | M.Stearate |
| 26.717 | - | - | - | | | M.Arachidate |
| Totals : | | | 1.02708e5 | | | |

*** End of Report ***

C.8 Hasil Analisis *Gas Chromatography* (GC) pada Minyak Nyamplung Mentah



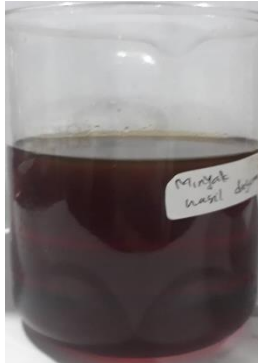
Komposisi Analisis GC pada Minyak Nyamplung Mentah

| Jenis komposisi | Komposisi (%) |
|------------------------------|---------------|
| <i>Free Fatty Acid</i> (FFA) | 15,7568 |
| Monogliserida (MAG) | 12,2459 |
| Digliserida (DAG) | 4,6605 |
| Trigliserida (TAG) | 63,9121 |
| Others | 3,4247 |
| Jumlah | 100 |

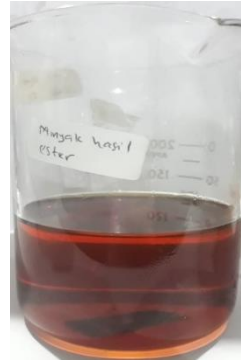
APPENDIKS D DOKUMENTASI



Crude Minyak
Nyamplung



Minyak
degumming



Minyak
Esterifikasi



Sampel Uji GC biodiesel
CaO sintesis (kiri) dan CaO
kulit telur (kanan)



Sampel Uji GC biodiesel
CaCO₃ sintesis (kiri) dan
CaCO₃ kulit telur (kanan)



Penulis lahir di Pamekasan pada tanggal 04 Oktober 1995. Penulis telah menempuh pendidikan formal di SDN Plakpak V pada 2002-2008, SMPN 2 Pegantenan pada 2008-2011, dan SMAN 3 Pamekasan pada 2011-2014. Penulis melanjutkan studi S1 Departemen Teknik Kimia di Institut Teknologi

Sepuluh Nopember (ITS) Surabaya. Penulis memiliki pengalaman kerja praktik di PT. Semen Indonesia, Tuban, Jawa Timur pada tahun 2017. Penulis mengerjakan tugas akhir di Laboratorium Teknologi Proses. Selama proses penulisan tugas akhir, penulis membuat Pra Desain Pabrik Biodiesel dari PFAD (*Palm Fatty Acid Distillate*) dan skripsi berjudul Pembuatan Biodiesel Dari Minyak Nyamplung (*Calophyllum Inophyllum L.*) Menggunakan Microwave Dengan Katalis Basa Heterogen.

Nama : Ansori

Alamat : Dusun Utara 2, Desa Toronan,
Kec-Pamekasan, Kab-Pamekasan,
Jawa Timur

No.Telp : 0831-3484-9861

Email : Ansor17k54pascal@gmail.com



Penulis lahir di Balikpapan pada tanggal 17 November 1996. Penulis telah menempuh pendidikan formal di SDN Percobaan Langkai 4 - Palangkaraya pada 2002-2007, SDN 01 Pandean – Madiun pada 2007-2008, SMPN 2 Madiun pada 2008-2011, dan SMAN 2 Madiun pada 2011-2014. Penulis melanjutkan studi S1 Departemen Teknik Kimia di Institut Teknologi

Sepuluh Nopember (ITS) Surabaya. Penulis mengerjakan tugas akhir di Laboratorium Teknologi Proses. Selama proses penulisan tugas akhir, penulis membuat Pra Desain Pabrik Biodiesel dari PFAD (*Palm Fatty Acid Distillate*) dan skripsi berjudul Pembuatan Biodiesel Dari Minyak Nyamplung (*Calophyllum Inophyllum L.*) Menggunakan Microwave Dengan Katalis Basa Heterogen.

Nama : Sasmitha Ayu Wibowo
Alamat : Perumahan Taman Salak Blok B No. 212,
RT.051/RW.017, Kel. Pandean, Kec. Taman,
Madiun, Jawa Timur
No.Telp : 082234347717
Email : Sasmitha112@gmail.com